

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
DEPARTAMENTO DE TERMOFLUIDODINÂMICA

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO:
ENGENHARIA DE PROCESSOS

PELETIZAÇÃO DE SEMENTES DE BRÓCOLOS EM LEITO DE JORRO CÔNICO

AUTOR: MÁRCIO DE ALCÂNTARA COSTA

ORIENTADOR: Prof. Dr. OSVALDIR PEREIRA TARANTO

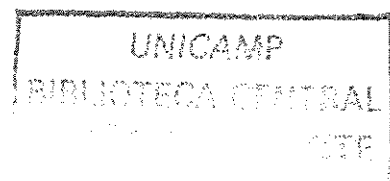
Tese de Doutorado apresentada à Faculdade de Engenharia
Química como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do
título de Doutor em Engenharia Química.

Campinas –São Paulo

Junho de 2003

200331901

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL



UNIDADE	BC
Nº CHAMADA	TIUNICAMP
	C 823 p
V	EX
TOMBO DCI	56032
PROC.	16-124/03
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	03/10/03
Nº CPD	

CM00190907-8

Bid 303243

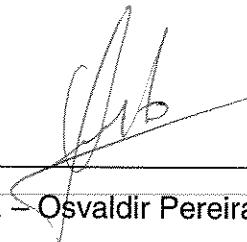
FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

C823p Costa, Márcio de Alcântara
Peletização de sementes de brócolos em leito de jorro cônico / Márcio de Alcântara Costa.--Campinas, SP: [s.n.], 2003.

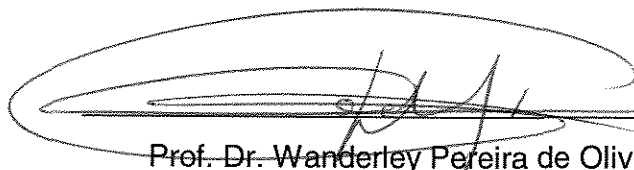
Orientador: Osvaldir Pereira Taranto.
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química.

1. Sementes peletizadas. 2. Brocolo - Semente. 3. Processo de leito de jorro. 4. Bentonita. I. Taranto, Osvaldir Pereira. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Química. III. Título.

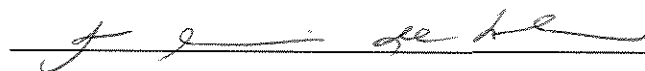
Tese de Doutorado defendida por Márcio de Alcântara Costa e aprovada em
16 de junho de 2003 pela banca examinadora constituída pelos doutores:



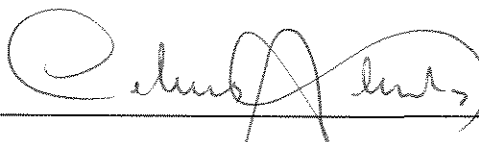
Prof. Dr. – Osvaldir Pereira Taranto



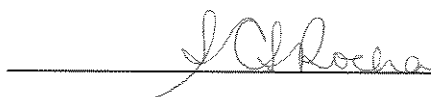
Prof. Dr. Wanderley Pereira de Oliveira



Profa. Dra. Ana Maria da Silveira

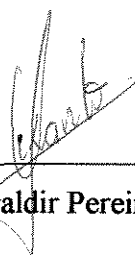


Dra. Celina de Almeida



Profa. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha

Este exemplar corresponde à versão final da Tese de Doutorado em Engenharia Química defendida por Márcio de Alcântara Costa e aprovada pela Comissão Julgadora em 16 de Junho de 2003.



Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto

Para Andréa Milene

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto, pela orientação, apoio e amizade durante o desenvolvimento desta tese.

À Prof. Dr^a Sandra Cristina dos Santos Rocha, pelo incentivo desde os tempos de mestrado, e também pelo empréstimo de materiais, equipamentos e utilização de seu laboratório. Agradeço também aos seus alunos, Marta, Melissa, Virgínia, Osvaldo, pela paciência e receptibilidade.

Às técnicas do Laboratório de Tecnologia Pós-Colheita da Faculdade de Engenharia Agrícola da UNICAMP, Rosa Helena e Jussara, pela amizade e pelas dicas valiosas nas análises de sementes.

À Juliana, pela ajuda na contagem de inúmeras sementes.

À empresa Comil Cover Sand Indústria e Comércio LTDA., em nome do senhor José Antônio, que gentilmente cedeu amostras de vários tipos de argila bentonita.

Ao técnico Levi e ao funcionário Valdemir, pela ajuda na montagem experimental.

Em especial, ao técnico Valmir, pela confiança nos empréstimos de materiais e ajuda na montagem experimental.

Ao aluno de iniciação científica Cezar, pela contribuição nas análises de caracterização física das partículas.

Ao aluno Marcel, pela inestimável ajuda na construção das isotermas.

Ao Prof. Dr. Sergio Persio Ravagnani pela utilização de seus computadores.

À Samira, pelo companheirismo e presença nas altas horas de trabalho.

Ao CNPq pelo apoio financeiro.

Aos amigos e colegas de trabalho, os meus sinceros agradecimentos.

SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS	VI
LISTA DE FIGURAS.....	X
NOMENCLATURA	XIV
RESUMO.....	XXV
ABSTRACT.....	XXVII
1 INTRODUÇÃO	1
1.1 OBJETIVOS DO TRABALHO	3
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1 CULTURA DE BRÓCOLOS.....	5
2.1.1 BOTÂNICA E CULTIVARES.....	5
2.1.2 CLIMA E ÉPOCA DE SEMEADURA.....	7
2.1.3 SOLO, ADUBAÇÃO E PROPAGAÇÃO	7
2.1.4 COLHEITA E COMERCIALIZAÇÃO	8
2.1.5 GERMINAÇÃO.....	9
2.1.6 SECAGEM	9
2.2 SEMEADURA DE SEMENTES PELETIZADAS.....	10
2.3 EQUIPAMENTOS UTILIZADOS NA PELETIZAÇÃO DE SEMENTES	11
2.4 PELETIZAÇÃO CONVENCIONAL	13
2.4.1 TAMBORES ROTATIVOS	13
2.4.2 PESO, DENSIDADE E TAMANHO DOS PÉLETES	14
2.4.3 REQUISITOS PARA A GERMINAÇÃO.....	15
2.4.4 MACRONUTRIENTES	17
2.4.5 MATERIAIS DE RECOBRIMENTO.....	20
2.4.6 ARMAZENAMENTO	22
2.4.6.1 Umidade de equilíbrio e atividade de água.....	23
2.4.6.2 Isotermas de sorção	25
2.4.6.3 Influência dos revestimentos.....	26
2.5 PROCESSOS EM LEITOS MÓVEIS	28

2.5.1	GRANULAÇÃO EM LEITOS DE JORRO	28
2.5.2	CARACTERÍSTICAS DOS RECOBRIMENTOS	30
2.5.2.1	Distribuição inicial de tamanho das partículas.....	30
2.5.2.2	Atomização da suspensão de recobrimento	32
2.5.2.3	Localização do bico atomizador.....	33
2.5.2.4	Suspensão de recobrimento.....	33
2.5.2.5	Espessura e uniformidade dos recobrimentos	34
2.5.2.6	Circulação das partículas	36
2.5.2.7	Distribuição de temperatura e umidade	37
2.5.2.8	Mecanismo e cinética de crescimento	38
3	DESCRIÇÃO DOS MATERIAIS E EQUIPAMENTOS UTILIZADOS	49
3.1	SEMENTES DE BRÓCOLOS.....	49
3.2	MATERIAIS DE REVESTIMENTO	49
3.3	EQUIPAMENTO EXPERIMENTAL	50
3.3.1	LEITO DE JORRO CÔNICO	50
3.3.2	MEDIÇÃO DA VAZÃO DE AR.....	50
3.3.2.1	Vazão do ar de jorro	50
3.3.2.2	Vazão do ar de atomização	51
3.3.3	MEDIÇÃO DA VAZÃO DE SUSPENSÃO	52
3.3.4	CONJUNTO DE ATOMIZAÇÃO.....	52
3.4	MONTAGEM EXPERIMENTAL.....	54
4	METODOLOGIA EXPERIMENTAL.....	57
4.1	DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E QUALITATIVAS DAS SEMENTES DE BRÓCOLOS.....	57
4.1.1	DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO	58
4.1.2	DISTRIBUIÇÃO DE MASSA	58
4.1.3	ESFERICIDADE	59
4.1.4	MASSA ESPECÍFICA	60
4.1.5	POROSIDADE	61
4.1.6	DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES QUALITATIVAS.....	61
4.1.6.1	Germinação	61
4.1.6.2	Vigor.....	62
4.1.7	TEOR DE UMIDADE.....	63

4.2	ENSAIOS PRELIMINARES	63
4.2.1	ENSAIOS DA FLUIDODINÂMICA DO LEITO	63
4.2.2	ENSAIOS DE DANOS MECÂNICOS E FISIOLÓGICOS.....	64
4.2.2.1	Metodologia para o teste de danos mecânicos nas sementes	64
4.2.2.2	Planejamento experimental.....	65
4.2.3	ENSAIOS PARA VERIFICAR O EFEITO DO TAMANHO INICIAL SOBRE A CAPACIDADE DE GERMINAÇÃO DAS SEMENTES.....	66
4.2.4	ENSAIOS DE PELETIZAÇÃO.....	66
4.2.4.1	Ensaio para o estabelecimento da vazão do ar de atomização.....	68
4.2.4.2	Ensaio de preparação e escolha da suspensão de peletização.....	69
4.3	PLANEJAMENTO DOS ENSAIOS PRINCIPAIS DE PELETIZAÇÃO.....	74
4.3.1	VARIÁVEIS INDEPENDENTES	74
4.3.2	PARÂMETROS CONSTANTES	76
4.3.2.1	Tempo de atomização.....	77
4.3.3	VARIÁVEIS DEPENDENTES	78
4.3.3.1	Eficiência do processo	78
4.3.3.2	Crescimento dos péletes	79
4.3.3.3	Flexibilidade de operação	79
4.3.3.4	Uniformidade dos péletes	80
4.3.3.5	Esfericidade.....	82
4.3.3.6	Qualidade fisiológica das sementes peletizadas	82
4.4	ENSAIOS EM CONDIÇÕES OTIMIZADAS.....	82
4.5	ISOTERMAS DE ADSORÇÃO DAS SEMENTES PELETIZADAS	83
4.5.1	ANÁLISE DOS DADOS.....	84
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	86
5.1	ENSAIOS PRELIMINARES	86
5.1.1	FLUIDODINÂMICA DO LEITO DE JORRO CONVENCIONAL	86
5.1.2	ENSAIOS DE DANOS MECÂNICOS E FISIOLÓGICOS.....	87
5.1.2.1	Considerações finais sobre os ensaios de danos mecânicos e fisiológicos	91
5.1.3	EFEITO DO TAMANHO INICIAL SOBRE A CAPACIDADE DE GERMINAÇÃO DAS SEMENTES DE BRÓCOLOS.....	92
5.2	ENSAIOS PRINCIPAIS DE PELETIZAÇÃO.....	94
5.2.1	EFICIÊNCIA DO PROCESSO.....	94
5.2.1.1	Influência das variáveis independentes.....	95
5.2.1.2	Modelo para a eficiência do processo.....	97

5.2.1.3	Modelo para as perdas por elutriação	99
5.2.1.4	Modelo para as perdas por aderência às paredes do leito	101
5.2.1.5	Otimização das variáveis independentes	102
5.2.2	CRESCIMENTO DOS PÉLETES	107
5.2.2.1	Influência das variáveis independentes.....	108
5.2.2.2	Modelo para o aumento de massa dos péletes.....	109
5.2.2.3	Modelo para o aumento de tamanho dos péletes.....	111
5.2.2.4	Otimização das variáveis independentes	112
5.2.3	FLEXIBILIDADE DE OPERAÇÃO	115
5.2.3.1	Modelo para a taxa de aumento da vazão do ar de jorro.....	120
5.2.3.2	Otimização das variáveis independentes	121
5.2.4	UNIFORMIDADE DOS PÉLETES.....	123
5.2.4.1	Influência das variáveis independentes.....	124
5.2.5	ESFERICIDADE	126
5.2.5.1	Influência das variáveis independentes.....	128
5.2.6	QUALIDADE FISIOLÓGICA DAS SEMENTES PELETIZADAS	129
5.2.6.1	Modelo linear para $V_{\text{pélete}} / V_i$	134
5.2.6.2	Modelo para $G_{\text{pélete}} / G_i$	136
5.2.6.3	Otimização das variáveis independentes	137
5.2.7	CONSIDERAÇÕES FINAIS SOBRE OS ENSAIOS PRINCIPAIS.....	141
5.3	ENSAIOS EM CONDIÇÕES OTIMIZADAS.....	144
5.3.1	ENSAIOS COM SUSPENSÕES DE BENTONITA E POLVILHO	145
5.3.2	ENSAIOS COM SUSPENSÕES DE BENTONITA, POLVILHO E CALCÁRIO.....	147
5.3.3	ENSAIOS COM SUSPENSÕES DE BENTONITA, POLVILHO E MACRONUTRIENTES	148
5.4	ISOTERMAS DE ADSORÇÃO DAS SEMENTES PELETIZADAS	154
6	CONCLUSÕES E SUGESTÕES	159
6.1	CONCLUSÕES	159
6.2	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	163
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	164

APÊNDICE A - DEFINIÇÃO DE TERMOS.....	180
APÊNDICE B - TABELAS DE ESTIMATIVA DOS EFEITOS	183
APÊNDICE C - TABELAS E GRÁFICOS DAS DISTRIBUIÇÕES DE MASSA E TAMANHO DOS PÉLETES.....	187
ANEXO A - DETERMINAÇÃO DA POROSIDADE E DENSIDADE DAS SEMENTES	201
ANEXO B - MODELAGEM ESTATÍSTICA.....	206
ANEXO C - FUNÇÃO DESEJABILIDADE	208

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Algumas variáveis envolvidas no processo de recobrimento de partículas em leitos de jorro (Kucharski e Kmiéc (1988)).	42
Tabela 3.1 – Diâmetros dos orifícios das capas de fluido e de ar.	53
Tabela 4.1 – Características físicas e qualitativas das sementes de brócolos.	57
Tabela 4.2 – Valores das variáveis independentes em seus níveis correspondentes utilizados nos ensaios de danos mecânicos.	65
Tabela 4.3 – Matriz de planejamento dos ensaios de danos mecânicos.	66
Tabela 4.4 – Alterações da região da fonte durante o processo de peletização de 100 g de sementes.	69
Tabela 4.5 – Formulações com polvilho utilizadas nos ensaios preliminares.	70
Tabela 4.6 – Formulações com bentonita utilizadas nos ensaios preliminares.	71
Tabela 4.7 – Valores das variáveis independentes e seus níveis correspondentes utilizados na peletização de sementes de brócolos.	74
Tabela 4.8 – Matriz de planejamento.	76
Tabela 4.9 – Valores dos parâmetros constantes utilizados no planejamento experimental.	77
Tabela 4.10 – Tempos de atomização das corridas no planejamento experimental.	78
Tabela 5.1 – Resultados do planejamento fatorial 2^3 para estudar o efeito do jorro de sementes nuas e sem atomização, sobre a qualidade fisiológica.	88
Tabela 5.2 – Análise de variância para os resultados de germinação (ensaios de danos mecânicos).	89
Tabela 5.3 – Análise de variância para os resultados de vigor (ensaios de danos mecânicos).	90
Tabela 5.4 – Porcentagem em peso para as diferentes classes de tamanho de sementes de brócolos.	92
Tabela 5.5 – Capacidade de germinação para as diferentes classes de tamanho de sementes de brócolos.	92
Tabela 5.6 – Análise de variância e teste de Tukey para os efeitos do tamanho inicial das sementes de brócolos.	93

Tabela 5.7 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para estudar o efeito dos fatores sobre a eficiência do processo.....	95
Tabela 5.8 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados da eficiência do processo de peletização de sementes.	98
Tabela 5.9 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados da perda material por elutriação.....	100
Tabela 5.10 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados da perda material por aderência às paredes do leito.	101
Tabela 5.11 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para estudar o efeito das condições operacionais sobre o crescimento das partículas.....	107
Tabela 5.12 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados do aumento de massa dos péletes produzidos.....	110
Tabela 5.13 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados do aumento de tamanho dos péletes produzidos.....	112
Tabela 5.14 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para a otimizar as condições operacionais sobre a flexibilidade de operação para o processo de peletização de sementes de brócolos.....	119
Tabela 5.15 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados da taxa de aumento da vazão do ar de jorro.....	120
Tabela 5.16 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para estudar o efeito das condições operacionais sobre a uniformidade dos péletes produzidos.....	124
Tabela 5.17 – Esfericidade das sementes peletizadas e despeletizadas.	126
Tabela 5.18 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para estudar o efeito das condições operacionais sobre a esfericidade dos péletes produzidos.	128
Tabela 5.19 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para estudar o efeito dos fatores sobre a qualidade fisiológica das sementes peletizadas.	130

Tabela 5.20 – Análise de variância para os resultados do vigor das sementes peletizadas.....	131
Tabela 5.21 – Análise de variância para a germinação das sementes peletizadas.....	132
Tabela 5.22 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para a otimizar as condições operacionais sobre a qualidade fisiológica das sementes peletizadas.....	134
Tabela 5.23 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados do vigor das sementes peletizadas.	135
Tabela 5.24 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados da germinação das sementes peletizadas.	136
Tabela 5.25 – Condições operacionais otimizadas para as respostas individuais no planejamento experimental do processo de peletização.....	141
Tabela 5.26 – Vigor e germinação das sementes com tamanhos acima de 1,68 mm.	144
Tabela 5.27 – Resultados dos ensaios com suspensões de bentonita e polvilho.	145
Tabela 5.28 – Resultados dos ensaios com suspensões de bentonita, polvilho e calcário.	147
Tabela 5.29 – Resultados dos ensaios com suspensões de bentonita, polvilho e nutrientes.....	149
Tabela 5.30 – Teores de umidade de equilíbrio das sementes “in natura” e peletizadas, obtidos pela adsorção em diferentes umidades relativas, a 25 °C.....	154
Tabela 5.31 – Estimativas dos parâmetros, variância explicada e desvio padrão de quatro modelos usados para a adsorção de umidade das sementes “in natura” (nuas) e peletizadas, a 25°C.....	155
Tabela AP.B1 – Estimativa dos efeitos sobre a eficiência do processo de peletização. ..	183
Tabela AP.B2 – Estimativa dos efeitos sobre as perdas por elutriação.....	183
Tabela AP.B3 – Estimativa dos efeitos sobre as perdas por aderência às paredes do leito.	184
Tabela AP.B4 – Estimativa dos efeitos sobre as perdas por aderência ao corpo do bico.....	184
Tabela AP.B5 – Estimativa dos efeitos sobre o aumento de massa das sementes peletizadas.....	184
Tabela AP.B6 – Estimativa dos efeitos sobre o crescimento de tamanho dos péletes.	185
Tabela AP.B7 – Estimativa dos efeitos sobre a uniformidade de massa dos péletes.	185

Tabela AP.B8 – Estimativa dos efeitos sobre a uniformidade de tamanho dos péletes...	185
Tabela AP.B9 – Estimativa dos efeitos sobre a esfericidade dos péletes.....	186
Tabela AP.C1 – Diâmetros das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 1 a 3.....	187
Tabela AP.C2 – Diâmetros das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 4 a 6.....	188
Tabela AP.C3 – Diâmetros das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 7 a 9.....	189
Tabela AP.C4 – Diâmetros das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 10 e 11.....	190
Tabela AP.C5 – Massas das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 1 a 3....	191
Tabela AP.C6 – Massas das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 4 a 6....	192
Tabela AP.C7 – Massas das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 7 a 9....	193
Tabela AP.C8 – Massas das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 10 e 11.....	194
Tabela AP.C9 – Diâmetros das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios em condições otimizadas.	195
Tabela AP.C10 – Massas das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios em condições otimizadas.	196

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 –	Câmara padrão de Würster com placa de fundo chato (Würster, 1953) e um diagrama de um leito recobridor com placa distribuidora de ar com formato cônico (Parikh, 1991).	12
Figura 2.2 –	Diagrama de um tambor rotativo típico da indústria de revestimento de sementes.	14
Figura 2.3 –	Foto ilustrativa de um corte da seção transversal de um pélete de begônia (Seed Dynamics Inc, 2000).	15
Figura 2.4 –	Foto ilustrativa de um pélete rachado com a exposição da radícula de uma semente de alface (Seed Dynamics Inc, 2000).	17
Figura 2.5 –	Processo de granulação em um sistema de leito de jorro (Berquin, 1966). 28	
Figura 2.6 –	Instalação de um leito de jorro industrial para granulação ou secagem de materiais pastosos. (Reproduzido de Romankov e Rashkovskaya, 1968)... 29	
Figura 2.7 –	Classificação das partículas de Geldart (Geldart, 1973).	30
Figura 2.8 –	Ocorrência dos possíveis fenômenos em um processo de recobrimento em leitos fluidizados (baseados em Nienow, 1995 e Cherif <i>et al.</i> , 1996)... 39	
Figura 3.1 –	Dimensões do leito de jorro convencional.	50
Figura 3.2 –	Foto do rotâmetro utilizado para a medição da vazão do ar de atomização.....	51
Figura 3.3 –	Foto da bomba peristáltica utilizada nos experimentos.	52
Figura 3.4 –	Esquema do conjunto de pulverização.....	53
Figura 3.5 –	Capas de ar do conjunto de atomização, utilizadas no processo de peletização de sementes de brócolos.....	54
Figura 3.6 –	Esquema do sistema experimental.	55
Figura 4.1 –	Distribuição granulométrica das sementes de brócolos.	58
Figura 4.2 –	Distribuição mássica das sementes de brócolos.....	59
Figura 4.3 –	Esquema de um elipsóide triaxial e seus eixos principais.....	60
Figura 4.4 –	Fotos do germinador.	62
Figura 4.5 –	Foto dos péletes produzidos nos ensaios preliminares de peletização.	73
Figura 4.6 –	Diagrama esquemático do analisador automatizado DVS de sorção de umidade de água.....	83

Figura 5.1 – Curva de queda de pressão em função da vazão do ar de jorro para o leito com 100 e 400 g de sementes, sem atomização.....	87
Figura 5.2 – Diagramas de Pareto dos efeitos padronizados sobre a eficiência e perda material durante o processo de peletização de sementes de brócolos.....	96
Figura 5.3 – Comparação dos valores observados de η com os preditos pela Equação 5.1.....	99
Figura 5.4 – Comparação dos valores experimentais de P_E com os preditos pela Equação 5.2.....	100
Figura 5.5 – Comparação dos valores experimentais de P_{AL} com os preditos pela Equação 5.3.....	102
Figura 5.6 – Função Desejabilidade e otimização da eficiência do processo de peletização.....	103
Figura 5.7 – Superfícies de respostas para a Função Desejabilidade da eficiência do processo de peletização.....	106
Figura 5.8 – Diagramas de Pareto dos efeitos padronizados sobre o aumento de massa e de tamanho dos péletes produzidos.....	108
Figura 5.9 – Comparação dos valores experimentais de k_m com os preditos pela Equação 5.4.....	111
Figura 5.10 – Comparação dos valores experimentais de k_d com os preditos pela Equação 5.5.....	112
Figura 5.11 – Função Desejabilidade e otimização para o crescimento dos péletes produzidos.....	113
Figura 5.12 – Superfícies de respostas da Função Desejabilidade para o aumento de massa (k_m) dos péletes produzidos.....	114
Figura 5.13 – Superfícies de respostas da Função Desejabilidade para o aumento de tamanho (k_d) dos péletes produzidos.....	115
Figura 5.14 – Aglomerados indesejáveis formados durante o processo de peletização de sementes de brócolos.....	117
Figura 5.15 – Ocorrência dos fenômenos observados durante o processo de peletização de sementes de brócolos em leito de jorro convencional.....	118
Figura 5.16 – Comparação dos valores experimentais de k_w com os preditos pela Equação 5.6.....	121
Figura 5.17 – Função Desejabilidade e otimização para a flexibilidade operacional.....	122

Figura 5.18 – Distribuição granulométrica e distribuição mássica das sementes peletizadas e despeletizadas.	124
Figura 5.19 – Diagramas de Pareto dos efeitos padronizados sobre a uniformidade de massa e de tamanho para os péletes produzidos.	125
Figura 5.20 – Esfericidade média das sementes peletizadas e despeletizadas.	127
Figura 5.21 – Fotos das sementes “in natura” e peletizadas.	128
Figura 5.22 – Diagramas de Pareto dos efeitos padronizados sobre a esfericidade dos péletes produzidos.	129
Figura 5.23 – Hidratação e quebra dos péletes.	133
Figura 5.24 – Comparação dos valores experimentais de $V_{pélete}/V_i$ com os preditos pela Equação 5.7.	135
Figura 5.25 – Comparação dos valores experimentais de $G_{pélete}/G_i$ com os preditos pela Equação 5.8.	137
Figura 5.26 – Superfícies de respostas para o vigor das sementes peletizadas.	138
Figura 5.27 – Superfícies de respostas para a germinação das sementes peletizadas.	139
Figura 5.28 – Superfícies de respostas para as condições operacionais otimizadas ($Q_s = 6 \text{ mL/min}$; $C_s = 20 \text{ a } 22 \%$, e $T_e = 50 \text{ a } 60 ^\circ\text{C}$).	143
Figura 5.29 – Distribuições granulométrica e distribuição mássica das sementes peletizadas e despeletizadas (ensaio com polvilho).	146
Figura 5.30 – Testes de germinação das sementes peletizadas com macronutrientes.	150
Figura 5.31 – Gráfico dos resíduos de quatro modelos para os dados de adsorção das sementes de brócolos “in natura” e peletizadas.	156
Figura 5.32 – Isotermas de adsorção das sementes de brócolos “in natura”, peletizadas com suspensões de bentonita pura, e bentonita com 0,8% de polvilho.	157
Figura AP.C1 – Distribuição granulométrica e distribuição mássica das sementes peletizadas e despeletizadas para os ensaios 2 e 3.	197
Figura AP.C2 – Distribuição granulométrica e distribuição mássica das sementes peletizadas e despeletizadas para os ensaios 4, 5 e 6.	198
Figura AP.C3 – Distribuição granulométrica e distribuição mássica das sementes peletizadas e despeletizadas para os ensaios 7, 8 e 9.	199
Figura AP.C4 – Distribuição granulométrica e distribuição mássica das sementes peletizadas e despeletizadas para os ensaios 10 e 11.	200

Figura AN.1 –	Penetrômetro e componentes de vedação (Micromeritics, 1997a).....	202
Figura AN.2 –	Diagrama esquemático de um picnômetro de gás Hélio (Micromeritics, 1997b).....	205

NOMENCLATURA

Latinas

A	Constante das Equações 4.13 a 4.17
A'	Parâmetro definido pela Equação 2.13
A _g	Aglomerados indesejáveis (%)
A _w	Atividade de água (-)
<hr/>	
B	Constante das Equações 4.13 a 4.17 (-)
B'	Parâmetro definido pela Equação 2.15
B ₀	Constante da Equação 4.18 (-)
C	Constante das Equações 4.13 a 4.17 (-)
C'	Parâmetro definido pela Equação 2.16
C ₀	Constante da Equação 4.19 (-)
Ch	Constantes específicas para cada espécie de sementes - Equação 2.4 – (-)
Cq	Constantes específicas para cada espécie de sementes - Equação 2.4 – (-)
C _s	Concentração de sólidos na suspensão de recobrimento (kg/kg)
Cw	Constante específica para cada espécie de sementes - Equação 2.4 – (-)
\bar{d}_p^{gat}	Diâmetro médio de Sauter das gotas atomizadas (m)
$\bar{d}_{p,f}^{\text{gr}}$	Diâmetro médio final dos grânulos produzidos (m)
$\bar{d}_{p,i}^t$	Diâmetro médio inicial das partículas inertes (m)
\bar{d}_{sem}	Diâmetro médio de Sauter das sementes “in natura” (m)

\bar{d}_{pelet}	Diâmetro médio de Sauter dos péletes produzidos (m)
\bar{d}_{sem}^g	Diâmetro médio geométrico das sementes “despeletizadas” (m)
\bar{d}_{pelet}^g	Diâmetro médio geométrico dos péletes produzidos (m)
\bar{d}_p	Diâmetro médio de Sauter das partículas (m)
d_1	Menor dimensão das sementes ou dos péletes (m)
d_2	Dimensão intermediária das sementes ou dos péletes (m)
d_3	Maior dimensão das sementes ou dos péletes (m)
d_i	Média dos intervalos de abertura das peneiras (m)
d_0	Diâmetro inicial das partículas (m)
D_a	Dias de armazenagem (d)
D_b	Diâmetro do bocal de entrada (m)
D_c	Diâmetro da coluna do leito (m)
D_{ca}	Diâmetro do orifício da capa de ar (m)
DM	Porcentagem de danos mecânicos (%)
DP	Desvio padrão (-)
G	Capacidade de germinação predita pela Equação 2.21 (%)
G_i	Germinação normal inicial (%)
$G_{\text{pélete}}$	Germinação das sementes peletizadas (%)
h	Nível de altura relacionado ao parâmetro $u_{g,c}$ - Equação 2.9 – (m)
h_1	Constante da Equação 4.18 (-)

h_2	Constante da Equação 4.19 (-)
h_{bico}	Altura do bico atomizador (m)
h_{sem}	Altura inicial do leito de sementes (m)
H_{max}	Altura máxima de jorro estável (m)
H_0	Altura estática do leito (m)
k_l	Taxa global de crescimento de massa (h^{-1})
k_d	Aumento de diâmetro (-)
k_m	Aumento de massa (-)
k_w	Taxa de aumento da vazão do ar de jorro (h^{-1})
K_e	Constante específica para cada espécie de sementes - Equação 2.4 - (-)
K_i	Viabilidade inicial das sementes (%)
\overline{m}_{p0}	Massa média das partículas (kg)
m_a	Massa de água perdida através de um procedimento específico de secagem (kg)
m_{at}	Massa de material de revestimento atomizado (kg)
m_L	Massa do leito de partículas (kg)
m_{pelet}	Massa total dos péletes produzidos em cada ensaio (kg)
m_{sem}	Massa de sementes (kg)
$\overline{m}_{\text{pelet}}$	Valor médio da massa dos péletes produzidos (kg)
$\overline{m}_{\text{sem}}$	Valor médio da massa das sementes “despeletizadas” (kg)
m_{rec}	Massa dos recobrimentos (kg)
m_{ss}	Massa seca de sementes (kg)

m_{su}	Massa úmida de sementes (kg)
$m_{t,pelet}$	Massa total de sementes peletizadas (kg)
$m_{t,sem}$	Massa total de sementes despeletizadas (kg)
M	Parâmetro definido pela Equação 2.10 (-)
M_i	Número inicial de sementes mortas (%)
N	Parâmetro definido pela Equação 2.11 (-)
<hr/>	
p	Pressão de vapor da água no material (N/m^2)
p_0	Pressão de vapor da água pura (N/m^2)
P_1	Pressão estática na linha de ar (Pa)
P_{AB}	Perdas materiais por aderência ao corpo do bico atomizador (kg)
PA_i	Número inicial de plântulas anormais (%)
P_{AL}	Perdas materiais por aderência às paredes do leito (kg)
P_{at}	Pressão do ar de atomização (Pa)
P_E	Perdas materiais por elutriação (kg)
Q_{at}	Vazão volumétrica do ar de atomização (m^3/h)
Q_s	Vazão volumétrica da suspensão de recobrimento (mL/min)
R	Constante universal dos gases (kJ/kmol K)
Re_p	Número de Reynolds da partícula (-)
Stk	Parâmetro definido pela Equação 2.8. (-)
t_{at}	Tempo de atomização (h)
t_j	Tempo de jorro (h)

t_{proc}	Tempo de processo (s)
t_T	Tempo total de processo (h)
T	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)
T_{ab}	Temperatura absoluta em K
T_e	Temperatura do ar de entrada de jorro ($^{\circ}\text{C}$)
T_j	Temperatura do ar de jorro ($^{\circ}\text{C}$)
<hr/>	
T_s	Temperatura da suspensão de peletização ($^{\circ}\text{C}$)
$u_{\text{g,c}}$	Velocidade do gás na zona central do leito de jorro (m/s)
$u_{\text{g,cc}}$	Velocidade do gás na parte cilíndrica do leito (m/s)
u_t	Velocidade terminal das partículas (m/s)
U	Teor de umidade das sementes (kg/kg)
U_o^s	Umidade dos sólidos na suspensão atomizada (kg/kg)
U_{bs}	Teor de umidade em base seca (kg água/kg material seco)
U_{bu}	Teor de umidade em base úmida (kg de água/kg material úmido)
U_{eq}	Teor de umidade de equilíbrio (kg/kg)
$U_{\text{i,bu}}$	Teor de umidade inicial das sementes – base úmida (kg/kg)
V_i	Vigor inicial (%)
$V_{\text{pélete}}$	Vigor das sementes peletizadas (%)
V_{rec}	Volume dos recobrimentos (m^3)
$V_{\text{t,pelet}}$	Volume total das sementes peletizadas (m^3)
$V_{\text{t,sem}}$	Volume total das sementes despeletizadas (m^3)

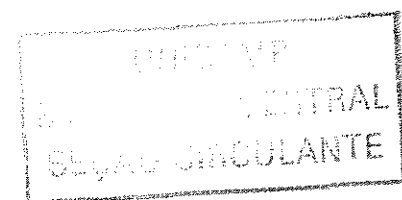
W_g	Vazão mássica do ar de jorro (kg/min)
W_{gf}	Vazão mássica do ar de jorro final (kg/min)
W_{gi}	Vazão mássica do ar de jorro inicial (kg/min)
W_{jm}	Vazão mássica do ar de jorro mínimo (kg/min)
W_m	Coefficiente de molhabilidade (J):
W_s	Vazão mássica da suspensão de recobrimento (kg/min)

W_s^*	Vazão mássica da suspensão de recobrimento (Equação 2.6 - kg/s)
X_i	Fração ponderal retida (%)
X_Q	Vazão da suspensão codificada (-)
X_t	Tempo de jorro codificado (-)
Y_T	Temperatura do ar de entrada codificada (-)
Z_C	Concentração de sólidos na suspensão codificada (-)
Z_W	Vazão relativa à vazão de jorro mínimo codificada (-)

Gregas

β	Coefficiente de granulação (-)
β_{in}	Eficiência de fixação inercial das gotas atomizadas (-)
γ_{lv}	Tensão interfacial entre o líquido e o vapor (J)
γ_{sl}	Tensão superficial entre o sólido e o líquido (J)
γ_{sv}	Tensão interfacial entre o sólido e o vapor (J)
δ_d	Parâmetro de uniformidade de tamanho, definido pela Equação 4.12 (-)

δ_m	Parâmetro de uniformidade de massa, definido pela Equação 4.11 (-)
$-\Delta G$	Queda do poder germinativo (%)
$-\Delta V$	Queda do vigor (%)
ΔM	Aumento de sementes não germinadas, duras, dormentes ou mortas (%)
ΔP_a	Aumento de plântulas anormais (%)
ΔP_b	Queda de pressão devido ao bocal de entrada do leito (cmH ₂ O)
ΔP_{max}	Queda de pressão máxima (cmH ₂ O)
ΔP_T	Queda de pressão total (cmH ₂ O)
ΔP_L	Queda de pressão devido ao leito (cmH ₂ O)
Δh_{po}	Queda de pressão na placa de orifício (cmH ₂ O)
ε_L	Porosidade do leito de partículas (%)
ε_p	Porosidade da partícula (%)
ε_p	Porosidade das partículas (%)
η	Eficiência do processo (%)
θ	Ângulo da base cônica (°)
$\mu_{g,cc}$	Viscosidade dinâmica do gás (kg/m.s)
v	Viabilidade final após D_a dias de armazenagem (%)
ρ_{ap}	Massa específica aparente das partículas (kg/m ³)
ρ_{bL}	Massa específica “bulk” do leito (kg/m ³)
ρ_g	Massa específica do gás (kg/m ³)



$\rho_{g,cc}$	Massa específica do gás na parte cilíndrica da coluna (kg/m^3)
ρ_p	Massa específica das partículas (kg/m^3)
ρ_{rp}	Massa específica real das partículas (kg/m^3)
ρ_s	Densidade das suspensões (kg/m^3)
σ	Desvio padrão (-)
$\sigma_{m,pelet}$	Desvio padrão das distribuições de massa dos péletes produzidos (kg)
$\sigma_{m,sem}$	Desvio padrão das distribuições de massa das sementes nuas (kg)
$\sigma_{d,pelet}$	Desvio padrão das distribuições de tamanho dos péletes produzidos (m)
$\sigma_{d,sem}$	Desvio padrão das distribuições de tamanho das sementes nuas (m)
φ	Umidade relativa de equilíbrio (%)
ϕ	Esfericidade (-)

Superescritos

—	valor médio
g	geométrico
gat	gotas atomizadas
gr	grânulos
S	sólido na solução atomizada
t	inertes

Subscritos

0	inicial
---	---------

a	água perdida
ab	absoluta
ap	aparente
at	atomização ou atomizado
A	armazenagem
AB	aderência ao corpo do bico atomizador

AL	aderência às paredes do leito de jorro
----	--

b	bocal de entrada
---	------------------

bico	bico atomizador
------	-----------------

bl	“bulk” do leito
----	-----------------

bs	base seca
----	-----------

bu	base úmida
----	------------

c	coluna do leito
---	-----------------

ca	capa de ar
----	------------

cc	parte cilíndrica da coluna do leito
----	-------------------------------------

desp	despeletizadas
------	----------------

e	entrada
---	---------

eq	equilíbrio
----	------------

E	elutriação
---	------------

f	final
---	-------

g	gás
---	-----

g,c	gás, zona central do leito de jorro
i	inicial
i,bu	inicial, base úmida
in	fixação inercial das gotas atomizadas
j	jorro
lv	líquido e vapor

L	leito de partículas
m	molhabilidade
max	máxima
o	inicial
p	partícula
pelet	péletes produzidos ou “peletizadas”
proc	processo
rp	real da partícula
s	suspensão
sem	sementes “in natura”
sl	sólido e líquido
ss	seca de sementes
sv	sólido e vapor
t	terminal das partículas
T	total

us úmida de sementes

w do inglês “water”

Abreviaturas e simbologia estatística

F Teste F de probabilidade estatística

GL Graus de liberdade

SQ Soma quadrática

QM Quadrado médio

R^2 Porcentagem da variação explicada pelo modelo

R^2_{ajustado} Porcentagem da variação explicada pelo modelo, ajustada para o número de termos do modelo e o número de pontos de dados

Siglas

ASAE American Society of Agricultural Engineers

GAB Equação de Guggenheim-Anderson-de Boer

PVA Acetato de Polivinila

DTP Distribuição do Tamanho das Partículas

RAS Regras para Análise de Sementes

DVS Dynamic Vapour Sorption

PEG Polietilenoglicol 6000 puro

RESUMO

Um extenso estudo sobre o crescimento de partículas no processo de peletização de sementes de brócolos (*Brassica Oleraceae*, var. *italica*), foi realizado através de experimentos na parte cônica de um leito de jorro convencional de 143mm de diâmetro da coluna cilíndrica. A influência da temperatura do ar de entrada de jorro, vazão da suspensão de peletização e concentração de sólidos em suspensão, sobre a eficiência do processo, flexibilidade operacional e sobre a qualidade das sementes peletizadas, foi investigada e discutida.

O objetivo principal do trabalho, foi aumentar o tamanho e modificar o formato das sementes, para facilitar a semeadura manual ou mecanizada. Utilizou-se para tanto, uma suspensão aquosa de argila, resultando em sementes peletizadas com tamanho e formato comerciais, apresentando vigor e poder germinativo preservados. A esfericidade das partículas aumentou com o tempo de granulação em todos os ensaios experimentais. O aumento médio foi de aproximadamente 10,3 %.

Os experimentos foram realizados segundo técnicas de planejamento de experimentos, efetuando-se a análise dos resultados mediante a Metodologia de Superfície de Resposta. A quantificação dos efeitos da vazão de suspensão, entre 4 e 8 mL/min, temperatura do ar de entrada, entre 40 e 60 °C, concentração de sólidos na suspensão, entre 17 e 22 %, foi útil para o desenvolvimento de modelos estatísticos. Com os modelos empíricos obtidos e com o auxílio da Função Desejabilidade Global, foi feita uma otimização numérica para estimar as melhores condições de operação do processo nos intervalos das variáveis independentes.

Para as melhores condições de trabalho, as quais abrangeram a faixa de 20 a 22 % de sólidos em suspensão, operando entre 50 e 60 °C, a uma vazão de suspensão de 6mL/min, foram obtidos produtos com crescimento de massa em até 2,89 vezes a massa inicial e com crescimento de tamanho em até 1,55 vezes o tamanho inicial. O vigor e a germinação das sementes peletizadas foram preservados nestas condições, e a eficiência do processo variou entre 75,4 a 79,1 %, com perdas materiais por elutriação entre 7,6 a 10,9 %.

A distribuição inicial de tamanho das partículas exerceu forte influência sobre o processo de peletização. Partículas maiores capturaram mais recobrimentos que as menores, para uma mesma condição operacional. Entretanto, a peletização realizada com sementes maiores que 1,68 mm, produziu péletes mais uniformes, preservando as distribuições de tamanho e de massa iniciais.

Por fim, a aplicação dos revestimentos de argila sobre as sementes de brócolos mostrou-se vantajosa sob o ponto de vista da adsorção de vapor de água, pois para uma mesma umidade relativa, na temperatura ambiente, as sementes peletizadas apresentaram valores de umidade de equilíbrio inferiores aos valores apresentados pelas sementes “in natura”. Assim sendo, a adsorção de vapor de água nas sementes peletizadas pode ser melhor controlada.

ABSTRACT

An extensive experimental study of the growth of granule size in the broccoli (*Brassica Oleraceae*, var. *italica*) seed pelleting process was conducted in a conical part of a 143 mm diameter conventional spouted bed granulator. The influence of the spouting gas temperature, mass flow rate of atomized suspension and suspension solids concentration, on the efficiency for pelleting process, operation flexibility and pelleted seeds quality, is discussed.

The main objective of this work was to increase the apparent seed size and to change the seed shape for improving manual or mechanical plantability. A suspension of clay in water was used for this purpose, resulting in pelleted seeds with commercial sizes and shapes, and preserving both germination and vigor. The sphericity of the particles increased with granulation time for the whole set of experimental runs. The average sphericity increase was approximately 10.3 %.

The experiments were carried out according to the techniques employed in experimental designs. The results were analyzed using Response Surface Methodology. Quantifying effects of mass flow rate of atomized suspension, between 4 and 8 mL/min, spouting gas temperature, between 40 and 60 °C, and suspension solids concentration, between 17 and 22 %, are useful for developing statistical models. Based on the empirical models developed and utilizing the Global Desirability Function, a numerical optimization was obtained for estimating the best operational conditions at the intervals of the independent variables.

For the best working conditions, that ranged between 20 and 22 % of solids in suspension, operating between 50 e 60 °C, and the mass flow rate of atomized suspension at 6 mL/min, products were obtained with increased mass of over 2,89 times the initial seed mass, and increased size of over 1,55 times the initial seed size. Within such conditions, the seed pelleted vigor and germination were preserved, and the efficiency of the process ranged between 75.4 a 79.1 %, with elutriated particles between 7.6 a 10.9 %.

The initial size distribution had a strong effect on the seed pelleting process. For the same operational conditions, the larger particles captured more coating than smaller

particles. However, the seed pelleting process carried out with seeds larger than 1.68 mm produced pellets more uniform, preserving the initial size and mass distributions.

Finally, the application of the clay coating on the broccoli seeds is advantageous from view point of water vapour adsorption. The broccoli seeds pelleted adsorbed less moisture than broccoli seeds “in natura” at the same relative humidity and ambient temperature. In this way, the clay coating contributes to the control of the adsorption process.

1 INTRODUÇÃO

O tratamento de sementes é a prática mais antiga utilizada na proteção de plantas. Sua origem pode ser traçada no século XVIII com o uso de salmoura para controlar pragas em cereais (Neergaard, 1977). A idéia de se recobrir sementes também é antiga, sendo a primeira patente, relacionada a este assunto, editada em 1868 (Burgesser, 1949). Entretanto, o real interesse pela aplicação comercial de sementes recobertas só teve início nos anos quarenta (Roos and Moore, 1975). A proposta original foi confeccionar, individualmente ou em grupos de sementes pequenas e de formato irregulares, cápsulas esféricas para melhorar a semeadura de precisão (Halmer, 1988).

As tecnologias de tratamento de sementes atuais têm aplicações no controle de reguladores de crescimento e de fertilizantes; e dimensionamento e modelagem de sementes para facilitar a plantação. Essas novas tecnologias, em especial as de recobrimento, freqüentemente exigem sistemas de aplicação aperfeiçoados para estabelecer melhor as dosagens e as coberturas dos materiais (McGee, 1995).

As tecnologias de recobrimento de sementes são conhecidas atualmente, e principalmente, como peletização e recobrimento com filmes poliméricos e são empregadas tanto para facilitar a semeadura mecanizada, quanto para agir como um veículo protetor para o desenvolvimento das plantas. Tanto a peletização quanto os filmes de recobrimento podem conter polímeros, pesticidas, agentes biológicos, nutrientes, corantes de identificação e outros aditivos.

A peletização consiste no revestimento de sementes com sucessivas camadas de material seco e inerte, dando a elas o formato arredondado, maior massa e acabamento liso, o que facilita a distribuição e o manuseio das sementes, especialmente aquelas muito pequenas, pilosas, rugosas ou deformadas (Silva *et al.*, 2002a). De acordo com Rocha, *et al.* (1991), são consideradas pequenas as sementes de tamanho menor que as de quiabo, isto é, aquelas cujos lotes contenham, em média, mais de 19 sementes por grama. Nesse grupo, pode-se incluir as sementes de brócolos, cujo número de sementes por grama varia de 315 a 500 (Brasil, 1992).

Grande parte das espécies de hortaliças apresenta sementes pequenas, leves, de formas irregulares e com tendência a aderirem umas às outras. Tais características podem causar irregularidade no espaçamento e na densidade de semeadura, desperdício de sementes e necessidade de desbaste de plantas excedentes ou de “re-plantio”, no caso de falhas, para a obtenção do estande desejado. Essas operações exigem normalmente um grande contingente de mão-de-obra, o que eleva em demasia o custo de produção (Carvalho, 1988).

A utilização de sementes peletizadas reduz os custos de produção de mudas por diminuir o serviço de distribuição manual de sementes, facilita a mecanização da semeadura e pode eliminar a prática do desbaste de plantas excedentes. Soma-se a isto, a possibilidade de incorporação de nutrientes, reguladores de crescimento e outros agroquímicos durante o processo de peletização, podendo constituir melhorias na sanidade das sementes e no estabelecimento das plântulas. Para algumas espécies, o menor consumo de sementes pode viabilizar a utilização de sementes de melhor qualidade genética, especialmente as híbridas (Silva *et al.*, 2002a).

Além de pequenas, as sementes de brócolos possuem pouco peso, o que dificulta a sua individualização e distribuição, tanto no processo manual quanto mecânico de semeadura, e apesar de não possuírem formato tão irregular quanto outras sementes como as de alface, precisam ser peletizadas para regularizar sua superfície e uniformizar seus tamanhos, visando facilitar a semeadura.

A utilização de sementes de brócolos visa a sua incorporação na elaboração de produtos para fins industriais, os quais podem constituir num avanço científico e tecnológico para o Brasil, tendo em vista o monopólio da técnica de peletização retida em mãos estrangeiras. Assim sendo, esta pesquisa pode contribuir para o desenvolvimento de uma nova tecnologia que proporcione ao consumidor um produto com a mesma qualidade, a custos mais baixos que os apresentados pela atual indústria de revestimento de sementes. Além disso, espera-se contribuir para incentivar a expansão da área cultivada do brócolos, considerando o crescente interesse pelo consumo de uma dieta mais saudável em substituição aos alimentos ricos em gordura e colesterol.

Uma pesquisa recente realizada na universidade de Washington, em Seattle (Cohen, 2000), revelou que a alimentação rica em vegetais crucíferos, que apresentam flores em formato de cruz, como o brócolos, couve-flor e couve comum, diminui substancialmente o risco de câncer de próstata em homens. Verificou-se que estes vegetais são ricos em substâncias chamadas isotiocianatos, que ativam enzimas capazes de retirar o caráter tóxico de compostos carcinógenos.

Santos (2000), avaliou a composição centesimal das folhas de brócolos e couve-flor, visando determinar suas potencialidades de uso como alimentos alternativos. As folhas das brássicas apresentaram-se como importantes fontes de vitamina C e foram consideradas como boas fontes de minerais, mesmo após sofrerem lixiviação pela água de cozimento. Além disso, as folhas foram indicadas como fontes de fibras insolúveis, para a prevenção de doenças gastrointestinais. De acordo com Santos, a falta de informação das populações contribui para que as folhas e outros resíduos alimentares sejam descartados. Desta forma, foi citada a necessidade de implementação de programas de conscientização, incentivando o aproveitamento total destas hortaliças, para promover o aumento do valor nutritivo da dieta das populações.

1.1 OBJETIVOS DO TRABALHO

- Iniciar um estudo do fenômeno de granulação de partículas em leite de jorro, visando a aplicação na área agrícola. O processo de peletização das sementes de brócolos tem como objetivo modificar o formato e o tamanho das sementes, de maneira a facilitar o processo de semeadura manual ou mecanizada.
- Avaliar a aplicabilidade do granulador de leite de jorro no processo de peletização de sementes.
- Desenvolver formulações adequadas para a suspensão de peletização, com uma avaliação dos ingredientes, visando qualificar os materiais para a peletização de acordo com seus efeitos sobre a germinação das sementes peletizadas.
- Avaliar a influência da vazão de suspensão, temperatura do ar de entrada e concentração de sólidos na suspensão de peletização sobre a eficiência do processo.

crescimento dos péletes; flexibilidade operacional; uniformidade e esfericidade dos péletes produzidos; e sobre a qualidade fisiológica final das sementes peletizadas.

➤ Desenvolver modelos estatísticos para algumas variáveis dependentes do processo de peletização e otimizar numericamente as condições operacionais com o auxílio da Função Desejabilidade Global, utilizando-se os modelos propostos. A estimativa das melhores condições de operação do processo é determinada nos intervalos das variáveis independentes vazão da suspensão de peletização, concentração de sólidos na suspensão de peletização, e temperatura do ar de entrada de jorro.

➤ Realizar ensaios nas condições previamente otimizadas. O objetivo é aprimorar a suspensão de argila bentonita utilizada nos ensaios de otimização, avaliando-se o efeito individual da adição de polvilho, calcário e nutrientes. Para os melhores resultados, foram construídas as isotermas de sorção dos péletes, visando avaliar o comportamento durante o armazenamento.

Buscou-se identificar, através da revisão bibliográfica apresentada no Capítulo 2, principalmente as técnicas do cultivo de brócolos no Brasil, os parâmetros importantes para o processo de peletização e as técnicas utilizadas pela atual indústria de revestimento de sementes. A descrição dos materiais e dos equipamentos utilizados encontra-se no Capítulo 3, a metodologia experimental no Capítulo 4, os resultados obtidos no Capítulo 5 e as conclusões no capítulo 6.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo, relevantes trabalhos são revisados com enfoque voltado principalmente às técnicas de recobrimento de sementes e aos parâmetros que afetam o processo de granulação em leitos de jorro. A definição dos principais termos utilizados, tais como “*materiais de enchimento*”, “*materiais cimentantes*”, “*recobrimento*”, dentre outros, estão no Apêndice A, com o objetivo de facilitar a leitura da tese.

2.1 CULTURA DE BRÓCOLOS

A família Brassicaceae (sinônimo Cruciferae) é a mais numerosa em termos de espécies oleráceas, compreendendo cerca de 300 gêneros e 3000 espécies. É uma família de grande importância econômica, proporcionando uma variedade de folhas, raízes e sementes para o consumo humano e animal. O repolho, a couve-flor e a couve-manteiga destacam-se pela sua maior relevância econômica. (Santos, 2000).

O brócolos não tem a expressão econômica da couve-flor, todavia é mais rica, em termos nutricionais. De acordo com Murayama (1973), o brócolos são cinco vezes mais ricos em cálcio e cento e vinte vezes mais em vitamina A do que a couve-flor. No Brasil, o grande volume de brócolos comercializado nas Centrais de Abastecimento (CEASAs) evidencia um consumo crescente dessa hortaliça (Almeida, 2002).

2.1.1 BOTÂNICA E CULTIVARES

A seguinte citação foi encontrada no trabalho de Clemente (1998): “Conhecida como brócolos, brócolis, brócoli ou couve-brócolo é uma variedade botânica da mesma espécie e morfologicamente semelhante à couve-flor. O nome se originou do italiano “brocco” que significa “broto”, pois são as brotações florais a parte comestível (Filgueira, 1982)”.

Em Silva *et al.* (2002b): “Durante a fase vegetativa a planta se assemelha a couve-flor (*Brassica oleracea* L. var *brotrytis*); posteriormente produz uma inflorescência central de coloração verde, menos compacta que a da couve-flor, e numerosas inflorescências laterais, bem menores. São formadas por pequenos botões florais ainda fechados e pedúnculos tenros.”

Em Almeida (2002): “Os botânicos classificam o brócolos como planta pertencente ao ramo *Phanerogamae*, plantas que produzem sementes, o sub-ramo *Angiospermae*, apresentando óvulos encerrados em um ovário, que dá origem às sementes. Os brócolos são incluídos na classe das *Dicotyledoneae*, sementes que apresentam dois cotilédones; e família botânica *cruciferae*. Sua espécie é denominada *Brassica oleracea*, e variedade italiana (Camargo, 1981)”.

Em Silva *et al.* (2002b): “No centro-sul, predominam as cultivares do grupo Ramoso. A maioria dos olericultores a prefere, pela sua maior produtividade, e porque produz várias colheitas, além de atender à preferência do consumidor. As plantas são muito vigorosas; resistentes ao acamamento; produtivas; com botões florais de cor verde intenso que não perdem tal coloração; com pedúnculos finos e alongados. É cultivar tipicamente de inverno (Filgueira, 1982).”

Em Almeida (2002): “Através de dados obtidos da CNPH/Embrapa, em 1993 uma nova cultivar “Ramoso de Brasília”, foi introduzida no mercado por produtores e companhias de sementes no Distrito Federal e em São Paulo. Esta cultivar vem destacando-se pela produtividade, qualidade e excelente aceitação comercial. Informações da Embrapa sobre esta cultivar revelam características como: comprimento de haste de 31 a 32 cm; a primeira colheita é realizada próxima aos 80 dias após a semeadura, o período de colheita se estende até 55 dias e a produtividade média está em torno de 18 toneladas/ha.

Em Silva *et al.* (2002b): “Outra cultivar de lançamento recente é a Pira-Broco, típica de inverno, resultado de cruzamento e seleção entre as cultivares Ramoso Santana e Português. Ainda no grupo Ramoso destaca-se a cultivar de verão Ramoso-Piracicaba, selecionadas para temperaturas elevadas. Um segundo grupo, plantado em menor escala, é o brócolos de cabeça central grande, representado pela antiga cultivar paulista Jundiá. A produtividade é menor em relação ao grupo Ramoso.”

De acordo com Camargo (1989), o consumidor brasileiro prefere os cultivares de botões graúdos, entre eles: Ramoso-Santana e Ramoso-Piracicaba.

2.1.2 CLIMA E ÉPOCA DE SEMEADURA

Informações à respeito do cultivo dos brócolos de inverno foram encontradas no trabalho de Almeida (2002), cuja transcrição é a seguinte: “Os brócolos de inverno são cultivados no Brasil nas regiões sul e sudeste, em estações com temperaturas entre 15 e 20 °C. Na região centro-oeste, sua semeadura é recomendada para as estações do outono e inverno. A sensibilidade das sementes de brócolos às variações de temperatura e umidade relativa é responsável pelas variações na duração da colheita e diminuição da produção, como ocorre com a couve-flor (Wurr *et al.*, 1991;1992).”

Para as cultivares de verão, a transcrição foi feita de Silva *et al.* (2002b): “As cultivares de verão possibilitam a ampliação da faixa de semeadura e de colheita desta brassicácea, notavelmente. Criadas para o verão quente e úmido de Piracicaba, as cultivares paulistas de verão adaptam-se provavelmente, às condições termoclimáticas de primavera-verão de muitas localidades do centro-sul. Todavia antes de lançar-se em extensas culturas comerciais é prudente o olericultor, fazer-se às vezes de pesquisador e plantar alguns canteiros de observação. Nos demais aspectos, o brócolos comporta-se como outras variedades botânicas da espécie *Brassica oleracea*, quanto às condições climáticas.”

Em Almeida (2002), encontrou-se também a seguinte citação: “O desenvolvimento da planta brócolos pode ser dividido em três fases: a fase juvenil, a fase de indução do florescimento e a fase do crescimento e da inflorescência (Booij, 1990). Após a fase juvenil, é ideal que a temperatura ambiente seja baixa, para que se inicie a indução floral. Além disso, a alta temperatura promove diferença nos estádios de maturidade das sementes, sendo verificado em análises de vigor por Lewis e Welbaum (1996).”

2.1.3 SOLO, ADUBAÇÃO E PROPAGAÇÃO

O brócolos é menos exigente do que a couve-flor, em tipo de solo e também em nutrição. É mais produtivo em solos argilo-arenosos, com PH entre 6,0 e 6,8, com boa retenção de umidade, bem drenados. A cultura reage bem à aplicação de macronutrientes, especialmente nitrogênio, que eleva a sua produtividade substancialmente. Pode-se aplicar NPK, na formulação 4-16-8, ao sulco de semeadura, em quantidades variando entre 80 a 100g por muda plantada. Seguem-se coberturas nitrogenadas, que podem atingir até 6 aplicações, com 20-30g de nitrocálcio ou sulfonitrato de cálcio por planta. Tais aplicações

devem ser feitas durante todo o ciclo cultural, e, especialmente, durante os quatro meses em que ocorrem as produções parceladas no grupo Ramoso (Silva *et al.*, 2002b).

Makishima (1993) informa que em cada cova de muda transplantada, pode-se adicionar, de forma homogênea, as seguintes quantidades de nutrientes: um litro de adubo orgânico (esterco de curral), 50 a 100g de superfosfato simples e 10 a 15 g de cloreto de potássio.

A propagação é feita por sementes, obtendo-se 230 por grama, em média. O padrão nacional mínimo de germinação é de 70%. Utilizam-se os sistemas sementeira-viveiro-campo ou sementeira-campo, sendo o transplante benéfico e sem inconvenientes (Silva *et al.* 2002b):

2.1.4 COLHEITA E COMERCIALIZAÇÃO

As informações à respeito da colheita e comercialização das sementes de brócolos foram encontradas nos trabalhos de Silva *et al.* (2002b). A transcrição encontra-se nos parágrafos seguintes:

“Para a cultivar Ramoso Santana, as colheitas se iniciam, geralmente, 90 a 100 dias após a sementeira, prolongando-se por 4 meses. Em cultivares de verão, a colheita se inicia aos 80-90 dias. Quando a cabeça central atinge o ponto de colheita, deve logo ser cortada, pois assim promove-se um maior desenvolvimento das inflorescências laterais, em qualquer cultivar. É importante que as cabeças apresentem uma coloração verde intenso, e que os botões florais estejam bem fechados, sem a presença de pétalas amarelo-vivo das flores.”

“Portanto, é imprescindível que a colheita seja realizada antes da abertura dos botões, para não invalidar o produto para o mercado, efetuando-se colheitas parceladas, na ocasião propícia, com cabeças compactas. Nos grandes mercados atacadistas do centro-sul, a época de cotações mais elevadas é de dezembro a março. O preço pago ao olericultor é geralmente muito compensador, não estando sujeito à variações estacionais muito acentuadas, mantendo-se relativamente elevado ao longo do ano.”

“É lamentável que em geral, considera-se a couve-brócolo uma hortaliça de luxo no Brasil, e que seu preço seja elevado para o consumidor. Certamente, é devido à demanda

e oferta restritas, em relação à outras brassicáceas. Infelizmente, não se observa uma apreciável expansão na área cultivada, no centro-sul, nos últimos anos, resultando num baixo consumo. Possivelmente, com a disseminação de novas cultivares de verão, e introdução de híbridos de cabeça central, tal situação se modifique.”

2.1.5 GERMINAÇÃO

Algumas informações à respeito da capacidade de germinação das sementes de brócolos foram encontradas nos trabalhos de Almeida (2002), cuja transcrição encontra-se nos parágrafos seguintes.

“Lewis e Welbaum (1996), estudaram o período de germinação das sementes de brócolos, e verificaram que 42 dias após a polinização das sementes, 75% delas já estavam prontas para germinar, sendo que, 56 dias após a polinização, 90% das sementes apresentavam germinação normal.”

“Mello *et al.* (1999), submeteram sementes de brócolos aos testes de germinação, emergência de plântulas e envelhecimento acelerado (24, 48, 72, e 96 horas a 42⁰C) e condutividade elétrica (0,5, 2, 4, 12 e 24 horas de embebição a 25⁰C em 25, 50 e 75 mL de água), com o objetivo de comparar métodos de avaliação da qualidade fisiológica de diferentes lotes de sementes. O teste de envelhecimento acelerado, por um período de 48 horas, permitiu a distinção do vigor dos lotes. O poder germinativo dos lotes de sementes variou entre 81 e 92%. Todos os testes empregados apresentaram potencial para identificar diferenças de vigor entre os lotes das sementes.”

2.1.6 SECAGEM

Informações sobre a secagem de sementes de *Brassicas* foram encontradas em alguns trabalhos citados por Almeida (2002):

“Sanders (1981), recomendou que a secagem de sementes oleosas, com conteúdo de umidade abaixo de 16%, seja realizada com temperaturas do ar inferiores a 65 ⁰C, para não afetar o potencial de germinação, o que ao mesmo tempo, apresenta vantagens à secagem em leito fluidizado. No Japão, as sementes de *Brassica* são secas com temperatura do ar inferiores a 40 ⁰C (Shinohara, 1984).”

“Drew (1987), analisou o poder germinativo de sementes de *Brassica napus* L. após serem submetidas ao processo de fluidização. Os tratamentos tinham como fatores de análise, temperaturas de 25, 30, 35, e 40 °C e duração do processo de 30, 40, 60 e 180 minutos. Observou-se que as sementes, nos ensaios de 25 e 30 minutos, mantiveram a capacidade de produzir plântulas normais. O mesmo aconteceu com sementes fluidizadas por 40 minutos nas temperaturas de 30 ou 35 °C.”

“No entanto, as sementes fluidizadas durante 40, 60 e 180 minutos à temperatura de 40 °C, apresentaram redução da capacidade de produzir plântulas normais. Concluiu-se que o aumento da duração de fluidização acima de 30 minutos, para temperaturas superiores a 36 °C, reduziram significativamente o poder germinativo das sementes. A justificativa para tal comportamento está relacionada à sensibilidade da semente, que é uma característica intrínseca de cada espécie.”

“O conteúdo de umidade nas sementes fluidizadas a 25 °C diminuiu de 5,32 para 4,83% em 60 minutos, e de 4,83 para 4,51% após 180 minutos. As sementes fluidizadas a 40 °C diminuíram o conteúdo de umidade de 5,2 para 3,88 em duração de 60 minutos e de 5,2 para 3,3% em duração de 180 minutos. Concluiu-se que entre 60 a 180 minutos de processo, as sementes perderam menos umidade, comparado aos primeiros 60 minutos.”

2.2 SEMEADURA DE SEMENTES PELETIZADAS

As sementes peletizadas são semeadas por intermédio de semeadoras de precisão, especialmente por aquelas que trabalham com mecanismo distribuidor tipo correia perfurada, produzida por “Stanhay”. Entretanto, o método exige que as sementes apresentem alto vigor e poder germinativo e que a camada de revestimento se desintegre facilmente no solo (Rocha, *et al.*, 1991).

De acordo com Hill (1999), as semeadoras tipo “Stanhay” são as mais populares nos Estados Unidos e em outras partes do mundo, para a semeadura de sementes peletizadas. Tal popularidade se deve à habilidade deste tipo de mecanismo para semear em uma ou mais linhas de semeio, além da flexibilidade para semear diferentes tamanhos de péletes em diferentes espaçamentos, e também pela versatilidade em semear tanto sementes nuas quanto peletizadas. Há também outras semeadoras, as quais podem ser utilizadas para o semeio de sementes peletizadas, tais como “Milton” e “Gramor”. Até mesmo a de sistema

pneumático à vácuo “Gaspardo” (projetada para sementes nuas), apresenta excelentes resultados na semeadura de péletes.

Uma descrição detalhada de semeadoras tipo correia perfurada “Stanhay”, encontra-se em Rocha e Marouelli (1991), os quais citam que a semente ideal para este tipo de mecanismo é a de formato arredondado e de superfície regular. Para sementes não peletizadas e irregulares, Shippen e Turner (1978) recomendam que a semeadura neste tipo de semeadora deve ser feita por grupos.

2.3 EQUIPAMENTOS UTILIZADOS NA PELETIZAÇÃO DE SEMENTES

Os equipamentos utilizados para o recobrimento ou peletização, envolvem sistemas com agitação das partículas, por exemplo, tambores, misturadores, leitos móveis e centrífugas. Dentre esses equipamentos, os tambores rotativos e os leitos móveis são os mais utilizados na produção de partículas recobertas. Nos tambores rotativos (peletização convencional), as partículas a serem recobertas são agrupadas em movimento e a suspensão de recobrimento é pulverizada sobre as mesmas. Frequentemente, um gás aquecido é fornecido ao sistema para a secagem das partículas.

Embora este método esteja em uso há bastante tempo e apesar do esforço para aprimorá-lo, os tambores rotativos apresentam uma baixa reprodutibilidade e é adequado apenas para produzir partículas que não requerem alta uniformidade de recobrimento. Os esforços mais recentes para o aperfeiçoamento estão concentrados na fluidização das partículas dentro do tambor rotativo (Litster e Sarwono, 1996).

Os processos em leitos fluidizados, leitos de jorro e leitos de jorro fluidizado apresentam reconhecidamente muita flexibilidade no manuseio de uma grande faixa de tamanhos e formas de partículas, e podem produzir recobrimentos altamente uniformes (Maronga, 1998). Nestes processos, as partículas são suspensas pela introdução de um gás no fundo dos leitos. O gás normalmente é pré-aquecido antes de ser injetado nos leitos e age como condutor de calor e momento. O material de recobrimento é atomizado diretamente sobre ou sob as partículas, dependendo da posição do bico atomizador.

Dentre várias modificações dos leitos fluidizados convencionais para aperfeiçoar o processo de recobrimento, atribui-se aos leitos de jorro vantagens por apresentarem

exclusivamente um movimento cíclico e contínuo de partículas, possibilitando a formação de recobrimentos muito uniformes em tempos relativamente curtos devido às condições excelentes de transferência de calor e massa no interior do leito (Kmiéc, 1980; Kucharski e Kmiéc, 1983 e 1988).

Estudos sobre o recobrimento de partículas em leitos de jorro têm sido desenvolvidos desde o início da década de 90 por pesquisadores da área de desenvolvimento de processos em sistemas particulados da Faculdade de Engenharia Química da UNICAMP, principalmente visando a área farmacêutica. Os resultados confirmam e apontam os leitos de jorro como vantajosos e promissores.

O princípio de formação do fenômeno "jorro" baseia-se essencialmente no estabelecimento de três regiões bem distintas: uma fase diluída na região central do leito que é produzida por uma corrente gasosa de alta velocidade e com movimento ascendente; uma fase densa com fluxo ascendente do gás e descendente das partículas; e uma região em que as partículas literalmente jorram da região diluída e caem sobre a fase densa. Este princípio foi empregado com sucesso por Würster em 1953 para o processo de recobrimento de comprimidos.

No processo Würster (Figura 2.1), um fluxo ascendente de ar com alta velocidade é introduzido em um leito fluidizado causando um jorro das partículas a serem recobertas.

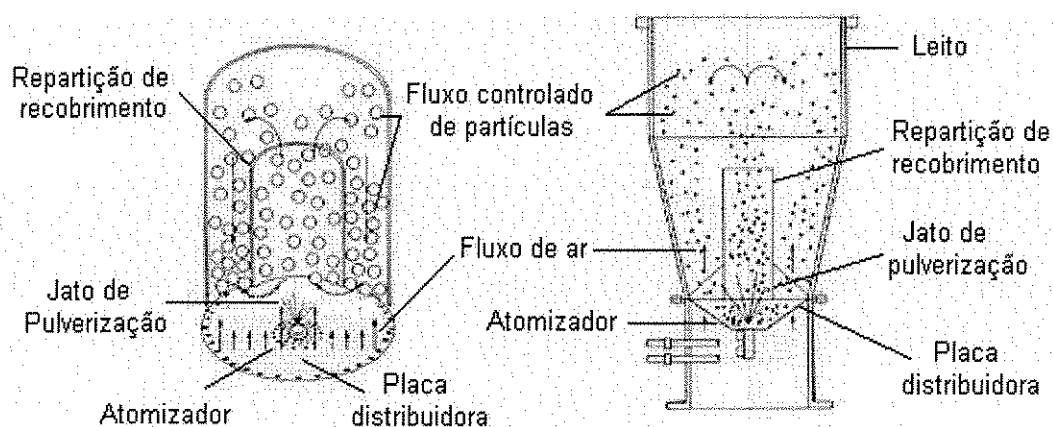


Figura 2.1 - Câmara padrão de Würster com placa de fundo chato (Würster, 1953) e um diagrama de um leito recobridor com placa distribuidora de ar com formato cônico (Parikh, 1991).

Um tubo interno é acoplado nos limites das fases diluída e densa para evitar a colisão das partículas entre essas duas fases. Um movimento cíclico das partículas é então

estabelecido e o recobrimento é realizado através de um bico de pulverização acoplado na base da fase diluída. Devido à grande quantidade de ar utilizada neste processo, excelentes condições de secagem são obtidas.

2.4 PELETIZAÇÃO CONVENCIONAL

2.4.1 TAMBORES ROTATIVOS

O processo de peletização de sementes é geralmente realizado em batelada por meio de equipamentos chamados tambores rotativos ou betoneiras, os quais consistem de um recipiente preso em um eixo inclinado que permite a rotação do equipamento. As velocidades de rotação variam com o diâmetro do tambor e abrangem faixas que vão de 10 a 35 rpm. As sementes sofrem inúmeras rotações em torno de seu próprio eixo, rolando umas sobre as outras, ao mesmo tempo em que recebem gradualmente os materiais de recobrimento que compreendem: materiais cimentantes e de enchimento. Estes materiais aderem às superfícies das sementes em camadas sucessivas até atingirem o tamanho desejado e o formato esférico (Longden, 1975; Sharples, 1981; Scott, 1989).

A utilização destes equipamentos requer muita habilidade por parte dos operadores, além de longos períodos de operação. O processo tornou-se automatizado e os equipamentos computadorizados foram descritos por Scott *et al.* (1997). Em cada caso, as sementes são recobertas com uma combinação de um material cimentante e um recheio. Normalmente, as formulações comerciais são misturas destes dois componentes e são obtidos em forma de pós, os quais são polvilhados sobre as sementes durante a operação de recobrimento. Ao mesmo tempo, água é borrifada sobre a mistura ativando os materiais ligantes e permitindo a formação dos péletes. Sendo portanto a peletização um processo por via líquida, os péletes devem ser secos para conclusão do processo (Taylor *et al.*, 1998).

Um outro procedimento é polvilhar apenas os materiais de enchimento, enquanto ocorre a atomização da solução contendo o material ligante (Figura 2.2). Uma variedade de dispositivos suspensos podem ser instalados no interior do tambor para fornecer melhores condições para o processo. O grau de inclinação determina a intensidade do transporte das sementes através do tambor, uma vez que a inclinação força a ascensão dos péletes no dispositivo de rotação. Este tipo de equipamento é amplamente utilizado na indústria de

revestimento de sementes, e ocupa grande espaço físico para a realização do processo (Fayed e Otten, 1984)

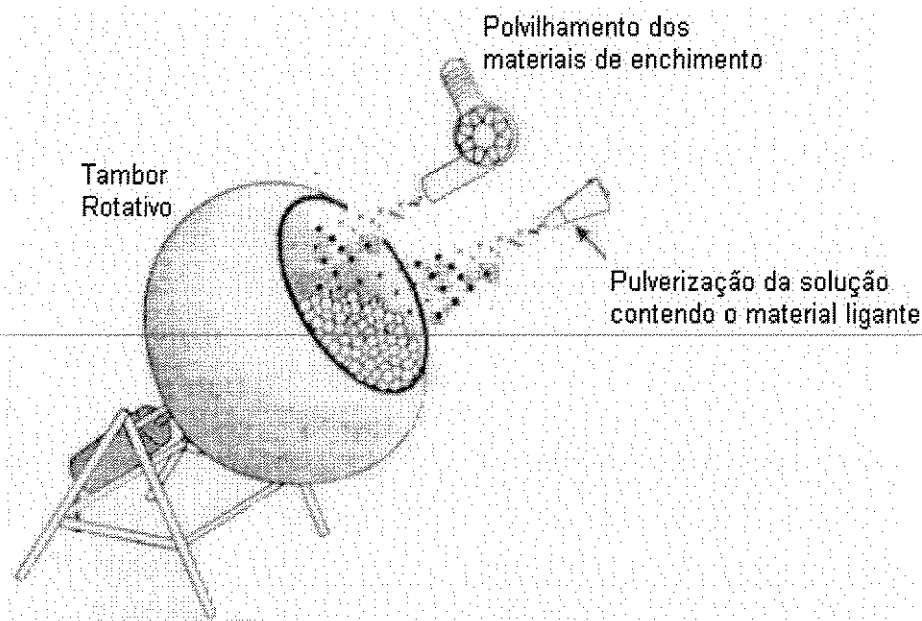


Figura 2.2 – Diagrama de um tambor rotativo típico da indústria de revestimento de sementes.

2.4.2 PESO, DENSIDADE E TAMANHO DOS PÉLETES

A quantidade de materiais utilizados na peletização determina o aumento de peso dos péletes e é expresso como a razão entre a massa de revestimento e a massa de sementes. Este aumento depende também do tipo de cultivar. Sementes mais esféricas e maiores geralmente requerem menor quantidade de materiais para formar um produto final esférico. Ni (1997) e Taylor *et al.* (1997), analisando alguns péletes, verificaram que as proporções são de 2:1 para sementes de beterraba, 4 a 9:1 para sementes de cebola e 17 a 35:1 para sementes de alface. Espécies pequenas, tais como sementes de fumo, begônia e petúnia requerem quantidades muito maiores de materiais de recobrimento, na proporção de 100 a 150:1 (Ni, 1997).

A Figura 2.3 mostra uma foto ilustrativa de um corte da seção transversal de um pélete de begônia com 100 vezes o peso original da semente (Seed Dynamics Inc., 2000)

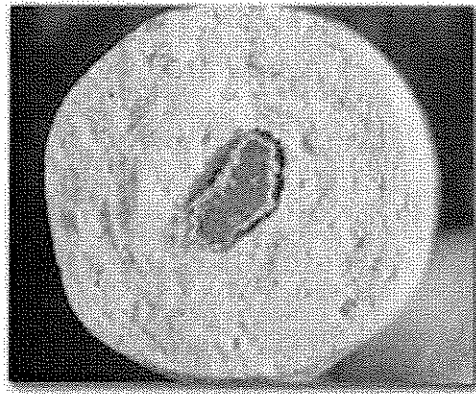


Figura 2.3 - Foto ilustrativa de um corte da seção transversal de um pélete de begônia (Seed Dynamics Inc, 2000).

A natureza física dos recheios afeta diretamente o peso e densidade dos péletes. Taylor *et al.* (1997) determinaram a densidade de péletes de alface, adquiridos em seis companhias de revestimento de sementes, abrangendo faixas entre 0,8 a 1,7 g/cm³. A densidade desejada é determinada pelas exigências da sementeira. Hill (1997) verificou que péletes com baixa densidade são utilizados por equipamentos de sementeira mecanizada à vácuo para produção em casas de vegetação (estufas), enquanto que péletes com densidades maiores são produzidos para plantações no campo.

Materiais com densidades mais altas são utilizados por máquinas semeadoras com alta velocidade de plantação, para evitar que os péletes quiquem ao caírem no solo, enquanto que os péletes de densidades intermediárias podem ser utilizados por semeadoras mais lentas.

Quanto ao tamanho dos péletes, existem atualmente empresas especializadas em tratamentos de sementes, como é o caso da Incotec, empresa holandesa que há pouco mais de dois anos inaugurou uma unidade no Brasil, em Holambra-SP, e que comercializa sementes peletizadas, apresentadas em baldes de 300 mil péletes com tamanhos variando entre 3 a 3,5 mm para várias espécies de sementes (informação verbal fornecida pela Incotec, 2001). De acordo com Hill (1999), algumas empresas, principalmente nos Estados Unidos, produzem péletes com tamanhos variados, podendo chegar até 5,4 mm.

2.4.3 REQUISITOS PARA A GERMINAÇÃO

Historicamente, o obstáculo primário à germinação das sementes peletizadas é a limitação da troca gasosa entre a semente e o ambiente externo. Os péletes não devem

retardar a taxa de germinação ou reduzir o percentual padrão apresentado pelas sementes nuas. Uma vez que o pélete age como uma barreira para a difusão do oxigênio, a germinação é afetada (Sachs *et al.*, 1981). De acordo com Taylor *et al.* (1998), existem duas opções para superar este problema: a primeira é a adição de substâncias químicas que produzem oxigênio no interior dos péletes quando em contato com a água e, a segunda opção é produzir péletes que se quebram sob hidratação permitindo que a oxigenação da água atue diretamente sobre as sementes.

Terra alcalina e outros produtos químicos, tais como peróxidos (NaBO_3 , BaO_2 , ZnO_2 , MgO_2 e principalmente CaO_2) são utilizados para produzir oxigênio no interior dos péletes (Sachs *et al.*, 1981; Brocklehurst e Dearman, 1983; Langan *et al.*, 1986). Esta opção tecnológica tem sido utilizada para implantação de culturas em áreas alagadas, principalmente na cultura de arroz (Tonkin, 1984; Ota, 1982), porém, em condições normais de umidade, estes produtos não aumentam a germinação e podem inclusive causar a sua redução, presumindo-se que no processo de degradação dos peróxidos ocorra a formação de peróxido de hidrogênio (H_2O_2) que é fitotóxico (Sachs *et al.*, 1981; Brocklehurst e Dearman, 1983).

Muitos autores mencionam a influência da peletização de sementes sobre a germinação, especialmente quando o solo contém um alto teor de umidade (Perry, 1976; Tonkin, 1979; Maude e Bambridge, 1985). Há também trabalhos referindo-se ao uso de agentes biológicos para facilitar a germinação de sementes peletizadas (Fairley e Draycott, 1978; Luchmeah e Cooke, 1985; Evans *et al.*, 1993; Stout *et al.*, 1993). Sachs *et al.* (1981) verificaram que recobrimentos de argila em sementes de pimentão agem como barreira à difusão de oxigênio. Sooter e Miller (1978) verificaram que recobrimentos com terra diatomácea e areia também agem como barreira à difusão de oxigênio. Entretanto, sugeriram a utilização de materiais como sílicas para extrair o oxigênio dissolvido na água no momento em que o líquido se move através do pélete.

O efeito da peletização sobre a germinação depende também do vigor inicial das sementes (Durrant e Loads, 1986; Kaufman, 1991) e da espécie botânica (Molzahn e Raiss, 1985), o que indica a necessidade de selecionar materiais mais adequados a cada espécie, e também realizar testes prévios para avaliar a qualidade das sementes, de maneira a processar apenas as de alto vigor (Kaufman, 1991). Hill (1999), cita que a dificuldade em

fornecer oxigênio às sementes foi superada com o desenvolvimento de péletes que se quebram quando hidratados, e que atualmente são comercializados com a denominação "split-pellets". A Figura 2.4 apresenta uma foto ilustrativa de um pélete de alface rachado e com a radícula exposta.



Figura 2.4 - Foto ilustrativa de um pélete rachado com a exposição da radícula de uma semente de alface (Seed Dynamics Inc, 2000).

Hill (1999), cita ainda que os “split-pellets” têm sido desenvolvidos especialmente para sementes de alface em solos irrigados e saturados de água, e são classificados de acordo com sua densidade. Na literatura sobre peletização de sementes, não foram encontrados trabalhos relacionados a esta tecnologia, entretanto, citações informais são encontradas na rede mundial de computadores, a internet, atribuindo à composição destes tipos de péletes como misturas de argilas.

2.4.4 MACRONUTRIENTES

Os solos de regiões tropicais são, em sua maioria, provenientes de rochas com baixos teores de fósforo, altamente intempéricos, com condições favoráveis à fixação de fósforo e, conseqüentemente, à redução na sua disponibilidade para as plantas (Parfitt, 1978). Este problema pode ser resolvido incorporando-se nutrientes nos recobrimentos de sementes, proporcionando uma oportunidade única para suprir cada muda de plantas com uma quantidade precisa de nutrientes.

Scott (1989) ressaltou que o desenvolvimento nesta área de recobrimento de sementes recebeu relativamente pouca atenção em trabalhos anteriores. A revisão na literatura feita para o presente trabalho mostrou que ainda são poucos os trabalhos publicados nos últimos dez anos sobre este assunto.

Scott (1989) verificou também que muitos trabalhos na literatura registram o fato de que recobrimentos com nutrientes podem causar danos durante a germinação ou fornecer recursos pouco significativos às plantações. Porém, ressaltou que há também trabalhos contendo numerosos registros de casos em que a aplicação de macronutrientes nos recobrimentos exerce influência positiva, por exemplo, recobrimentos com aplicação de fósforo em sementes de centeio (Vartha e Clifford, 1973a e 1973b), alface (Sharples e Gentry, 1980) e milho (Guttay *et al.*, 1957).

A necessidade de se utilizar outras fontes de nutrientes em jovens mudas de plantas, além das reservas nutricionais das sementes, foi claramente confirmada por Krigel (1967). Embora as sementes de trevo subterrâneo possuam tamanhos relativamente grandes comparados com outras espécies da mesma família, Krigel observou respostas às fontes externas de nutrientes em 7 dias após a semeadura para cálcio, 10 dias para fósforo, 14 dias para nitrogênio e magnésio e 21 dias para potássio. Além disso, Ozanne e Asher (1965) afirmaram que o baixo teor de potássio em algumas sementes de forrageiras pode limitar o desenvolvimento no campo, especialmente quando semeados em profundidades no solo, e sugeriram que um recobrimento das sementes com formulações de potássio poderia superar tais limitações.

Trigo *et al.* (1997), avaliando sementes de soja com concentrações de fósforo na faixa de 0,58 a 1,10%, verificaram que o incremento da concentração desse nutriente na semente aumentou o rendimento de grãos da planta subsequente, e o efeito benéfico da alta concentração foi mais pronunciado em solos com alta disponibilidade deste nutriente. Apesar disso, Rosseto *et al.* (2002) observaram que os níveis críticos tanto de fósforo quanto de potássio nas sementes de soja não foram ainda estabelecidos.

Vasconcellos *et al.* (2000) peletizaram sementes de sorgo com calcário, termofosfato magnesiano e goma arábica. Após oito dias de germinação, as plântulas com crescimento uniforme foram distribuídas em vasos contendo uma solução de fósforo e

potássio e ao vigésimo dia iniciou-se a determinação da absorção de P e K por meio da depleção desses nutrientes na solução nutritiva. Em conclusão, os autores verificaram que o uso de péletes favoreceu o crescimento e o desenvolvimento inicial das plântulas e a absorção de fósforo e potássio.

Em leitos de jorro, poucos trabalhos foram encontrados aplicando-se nutrientes nos recobrimentos de sementes. Liu e Litster (1993a) utilizaram os fertilizantes fosfato monocálcio e fosfato tricálcio, e metil celulose como cimentante em recobrimentos de treze tipos de sementes (duas variedades para alfafa, capim, aveia e sorgo; alpiste; colza; siroto; cornichão; e mostarda que é um membro da mesma família dos brócolos). Entretanto, este trabalho direcionou os estudos para as influências das variáveis do processo sobre as taxas de recobrimento e elutriação e, não apresentou resultados sobre a qualidade final das sementes recobertas.

Conceição Filho *et al.* (1998) investigaram o recobrimento de sementes de soja com os fertilizantes fosfato de monoamônio e cloreto de potássio, e como agente cimentante, a utilização de amido de milho. Em conclusão, os autores afirmaram que, nas condições operacionais utilizadas, as sementes recobertas preservaram o poder germinativo apresentado pelas sementes nuas.

Lucas *et al.* (2000) recobriram sementes de soja em leito de jorro utilizando-se uma suspensão constituída de micronutrientes e inoculante. Os micronutrientes continham 10% de molibdênio e 1% de cobalto; e o inoculante era composto pela bactéria *Bradyrhizobium* liofilizada. Observou-se que as plantas oriundas das sementes recobertas apresentaram um aspecto mais saudável, com nódulos maiores e em maior quantidade, em comparação com as plantas de sementes "in natura".

Graham e Rosas (1979) e Israel (1987) afirmaram que o fósforo é um dos mais importantes elementos no processo de fixação biológica de nitrogênio, pois age especificamente durante o crescimento e no funcionamento dos nódulos das plantas. Em relação ao potássio, Clarkson (1985) atentou para o fato de que, apesar da reconhecida importância no crescimento e desenvolvimento das plantas, a atuação deste nutriente no processo de fixação biológica de nitrogênio não é conhecida. Ainda neste sentido, Rossetto *et al.* (2002) concluíram que o conteúdo de fósforo e potássio nas sementes pode ser

importante na fase inicial de crescimento, especialmente quando o sistema radicular está pouco desenvolvido para o suprimento adequado da planta com esses nutrientes.

2.4.5 MATERIAIS DE RECOBRIMENTO

A utilização de um grande número de materiais cimentantes e recheios encontra-se nos trabalhos de Scott (1989), Ni (1997) e Silva (1997) e uma revisão da literatura sobre os primeiros trabalhos relacionados a este assunto, é descrita por Taylor, (1997).

De acordo com Hill (1999), as características desejáveis aos materiais de recobrimento são: distribuição uniforme do tamanho das partículas; disponibilidade dos materiais e ausência de fitotoxicidade. Além disso, a concentração do material cimentante é um fator crítico, pois seu uso em excesso poderá causar atraso na germinação e, por outro lado, baixas concentrações causam rachaduras e quebras dos péletes.

Silva (1997), observa que as inúmeras opções de materiais utilizados na peletização de sementes evidenciam a ausência de critérios de utilização. De forma resumida, sugere ainda que os materiais de enchimento ideais devem ter as seguintes características: grânulos esféricos; uniformes; com tamanhos entre 100 e 200 μm ; não higroscópicos; sem tensão superficial; não hidrofílicos; não corrosivos; não tóxicos; estéreis; não serem um meio de reprodução de microrganismos; insolúveis em água ou ácidos fracos; com densidade em torno de 1 (um); e que seja de fácil aquisição a custos compatíveis. Quanto aos materiais cimentantes, além das características citadas, devem também: ter afinidade com os outros ingredientes; ser prontamente solúveis em água; atuar em baixa concentração; se tornar secos e não pegajosos quando desidratados; e formar soluções de baixa viscosidade ao serem reidratados.

Taylor *et al.* (1998), constataram uma demanda crescente de sementes peletizadas e um aumento expressivo do número de companhias nos últimos dez anos. Assim sendo, o mercado competitivo tem estimulado o desenvolvimento de péletes mais efetivos, com maiores capacidades e maiores características de plantação. Os avanços nos últimos dez anos incluem: aumento da disponibilidade e penetração de oxigênio; maior faixa de densidade; aumento da aplicação de inseticidas e fungicidas; e melhor visibilidade no campo.

A maioria dos trabalhos sobre o desempenho de sementes peletizadas utiliza péletes produzidos por firmas especializadas. Poucos são os que apresentam procedimentos e métodos de escolha dos ingredientes. Apenas um foi encontrado apresentando uma metodologia para avaliação de materiais cimentantes, recheios e misturas, visando reduzir gastos, principalmente de sementes. Este importante trabalho brasileiro, realizado na EMBRAPA (Silva, 1997), refere-se às dificuldades de se produzir péletes devido à monopolização da tecnologia retida em mãos de firmas estrangeiras, que não divulgam seus processos e os equipamentos empregados.

Dentre os materiais utilizados por Silva (1997), os mais promissores foram: areia fina, areia grossa, calcário fino e calcário grosso como materiais de enchimento e, argila bentonita e cola à base de acetato de polivinila (PVA) da marca Cascorez Extra como materiais cimentantes. Com estes materiais, foram confeccionados 5 tipos de péletes, com boa uniformidade, bom acabamento e boa porcentagem de germinação e de emergência de plântulas. Utilizando sementes de tomate, os péletes foram confeccionados em betoneira e em moldes do tipo calha.

Outros materiais cimentantes testados foram: colas à base de PVA das marcas Grudi Extra e Perpret-va que apresentaram respectivamente, fitotoxidez e longo tempo de dissolução; goma arábica com baixo poder de adesão e grande redução da emergência das plântulas, quando aplicada em concentrações elevadas; carboximetilcelulose e croscarmelose que formaram suspensões de alta viscosidade, interferindo possivelmente na troca gasosa entre as sementes e o ambiente externo ao pélete.

Os outros materiais de enchimento testados foram: materiais de origem vegetal, tais como, xaxim triturado, esfagno triturado, serragem de pinho e serragem de eucalipto, os quais favoreceram a proliferação de fungos durante o teste de germinação ou inibiram o crescimento das raízes; termofosfato magnésiano (yoorin[®]) e concinal que limitaram o crescimento das plântulas em função do elevado índice de salinidade.

Além de serem produzidos para a semeadura de precisão, os péletes também são utilizados para fornecer às sementes materiais muito exigidos no momento da semeadura. Em especial, os defensivos agrícolas, que normalmente são utilizados em grandes

quantidades nas plantações, podem ser aplicados durante o recobrimento (Taylor *et al.*, 1998).

Depois das primeiras camadas de revestimento, ingredientes ativos podem ser aplicados em camadas subseqüentes até que a última seja composta apenas de materiais de enchimento inertes para evitar o contato humano com os agentes químicos. Esta aplicação, denominada "pellet loading" (Hill, 1997), evita o contato direto dos agentes químicos com a superfície das sementes, evitando assim a fitotoxicidade causada pela alta concentração dos defensivos. Taylor e Eckenrode (1993) utilizaram com sucesso esta técnica em sementes de cebola aplicando-se fungicidas e inseticidas aos péletes.

2.4.6 ARMAZENAMENTO

A conservação de sementes é intimamente dependente do seu grau de umidade, o qual tende a entrar em equilíbrio com a umidade relativa do ambiente. Desta forma, a característica de higroscopicidade do material de recobrimento afeta diretamente o potencial de conservação da semente. Se os materiais do pélete forem altamente higroscópicos, a camada de peletização pode funcionar como ponte, absorvendo a umidade do ambiente e transferindo para a semente. Por outro lado, se a semente tiver alto grau de umidade, a camada de peletização funciona como barreira à transferência de umidade para o ambiente, dificultando a troca gasosa, mesmo que os materiais de recobrimento não sejam higroscópicos. Com isso, a semente peletizada demora a atingir novo equilíbrio higroscópico quando é exposta em ambientes com umidades relativas diferentes (Silva, 1997).

Devido a este argumento é que a maioria dos estudos sobre armazenamentos apresenta afirmações de que não há diferença de conservação entre sementes nuas e peletizadas sob condições adequadas, mas em condições inadequadas, as sementes peletizadas perdem mais rapidamente a viabilidade (Roos, 1979; Nascimento *et al.*, 1993). Subentende-se portanto, que as sementes peletizadas necessitam de mais cuidado no armazenamento e manuseio, principalmente após a abertura das embalagens, caso forem impermeáveis.

2.4.6.1 UMIDADE DE EQUILÍBRIO E ATIVIDADE DE ÁGUA

Duas medidas são necessárias para descrever o estado da água em sementes: a primeira é relacionada com a quantidade de água e a outra com o estado energético (Campbell, 2000). A quantidade de água na semente é normalmente expressa como o teor de umidade e pode ser definido de duas maneiras:

$$\text{Base seca: } U_{bs} = \frac{m_a}{m_{ss}} \quad (2.1)$$

$$\text{Base úmida: } U_{bu} = \frac{m_a}{m_{us}} = \frac{m_a}{m_a + m_{ss}} \quad (2.2)$$

Em que: m_a = massa de água perdida através de um procedimento específico de secagem (kg);

m_{ss} = massa seca de sementes (kg);

m_{us} = massa úmida de sementes (kg);

U_{bs} = teor de umidade em base seca (kg água/kg material seco);

U_{bu} = teor de umidade em base úmida (kg de água/kg material úmido).

O estado de energia pode ser expresso em termos da atividade de água (A_w) que, em termos práticos, é a umidade relativa do ar que se encontra em equilíbrio com a umidade das sementes a uma dada temperatura, e pode ser definida de seguinte forma:

$$A_w = \frac{p}{p_0} = \frac{\phi}{100} \quad (2.3)$$

em que: A_w é a atividade de água;

p é a pressão de vapor da água no material (N/m^2);

p_0 é a pressão de vapor da água pura (N/m^2);

ϕ é a umidade relativa de equilíbrio.

Define-se portanto, umidade de equilíbrio como sendo o teor de umidade de um material depois de ser exposto a um ambiente em condições de temperatura e umidade relativa controladas, após um determinado intervalo de tempo. O material está higroscopicamente em equilíbrio com o ambiente em que se encontra quando a pressão de

vapor d'água correspondente à umidade do material for igual à pressão de vapor d'água do ar ambiente. Para cada material, a pressão de vapor tem um valor característico de acordo com o valor da temperatura e o teor de umidade do material.

A atividade de água é considerada um fator essencial nos projetos e estudos de sistemas de secagem, manuseio, armazenagem, embalagem, transporte e modelagem e simulação da longevidade de sementes. Assim sendo, muitos trabalhos apresentam o desenvolvimento de equações que expressam o teor de umidade de equilíbrio para cada produto, em função da umidade relativa e da temperatura do ar.

O teor de água há muito vem sendo utilizado para descrever o efeito da umidade sobre a viabilidade de sementes. Além disso, as recomendações sobre as condições de armazenagem para maximizar a longevidade das sementes são freqüentemente apresentadas em termos do conteúdo de água. Roberts e Ellis (1989) mostraram que existe uma relação logarítmica entre a longevidade e teor de umidade das sementes para cada espécie, da forma:

$$v = K_i - \frac{D_A}{10^{Ke - Cw \cdot \log(U) - Ch \cdot T - Cq \cdot T^2}} \quad (2.4)$$

em que: v = Viabilidade final após d_a dias de armazenagem (%);

K_i = Viabilidade inicial em $D_A = 0$ dias (%);

D_A = Dias de armazenagem;

U = Teor de umidade das sementes (%);

T = Temperatura ($^{\circ}\text{C}$);

Ke, Cw, Ch, Cq = Constantes específicas para cada espécie de sementes (-).

Por outro lado, Roberts e Ellis (1989) mostraram que a relação entre a atividade de água e a longevidade é linear e similar entre as espécies de sementes. Este comportamento é esperado, uma vez que a atividade de água mede a disponibilidade da água que participa dos processos físico-químicos das sementes. O uso da atividade de água tem portanto enormes vantagens sobre o uso do teor de água, pois elimina testes específicos para cada lote de sementes e fornece uma relação generalizada e linear entre a viabilidade e a disponibilidade de água (Campbell, 2000).

2.4.6.2 ISOTERMAS DE SORÇÃO

As isotermas de sorção são uma representação gráfica do teor de umidade de equilíbrio (U_{eq}), ou da pressão parcial de vapor de um produto, em função da umidade relativa (ϕ) a uma determinada temperatura. Se a isoterma de uma determinada amostra de sementes estiver disponível, não há necessidade de se medir o teor de umidade ou a atividade de água, uma vez que as isotermas permitem a dedução destes parâmetros (Campbell, 2000).

Cada espécie de sementes apresenta uma isoterma específica que pode variar também com o tipo de cultivar, dependendo do ambiente no qual as sementes foram produzidas, e da temperatura de construção das curvas de equilíbrio. Extensos dados relacionando a atividade de água e o teor de água em sementes são apresentados por Roberts (1972).

Vários modelos empíricos e semi-empíricos foram desenvolvidos para descrever a relação entre U_{eq} e ϕ (Van den Berg e Bruin, 1981). Alguns desses modelos levam em consideração o efeito da temperatura. Os modelos de Chung-Pfost modificado (Chung e Pfost, 1967; Pfost *et al.*, 1976), Henderson modificado (Henderson, 1952; Thompson *et al.*, 1968), Halsey modificado (Halsey, 1948; Iglesias e Chirife, 1976), Oswin modificado (Oswin, 1946; Chen e Morey, 1989) e Guggenheim-Anderson-de Boer (GAB) (Van den Berg, 1984) foram adotados como equações-padrão pela "American Society of Agricultural Engineers" para descrever as isotermas de sorção (ASAE, 1995).

Menkov (2000a, 2000b e 2000c) determinou o teor de umidade de equilíbrio de sementes de lentilha, grão de bico e ervilha a 5, 20, 40 e 60 °C para uma faixa de umidade relativa de 0,110 a 0,877. A capacidade de sorção diminuiu com o aumento da temperatura em umidade relativa constante para todas as sementes. Os modelos de GAB e o de Oswin modificado foram os mais adequados para descrever a relação U_{eq}/ϕ em sementes de lentilha. Para sementes de ervilha, o modelo de Oswin modificado foi o mais adequado e para as de grão de bico, o mais adequado foi um modelo proposto por Veltchev e Menkov (2000). Não foram encontrados na literatura informações a esse respeito sobre sementes de brócolos.

2.4.6.3 INFLUÊNCIA DOS REVESTIMENTOS

O teor de água torna-se ainda menos útil como uma medida da umidade de sementes quando recobrimentos são aplicados. Sementes e os materiais de recobrimentos podem ter a mesma atividade de água, mas apresentam enormes diferenças nos teores de água. A massa dos recobrimentos em sementes peletizadas é freqüentemente muito maior que a massa das sementes nuas, e as isotermas são inteiramente diferentes. A atividade de água é a força motriz para a migração da umidade portanto, quando as sementes são recobertas, é a atividade de água em equilíbrio que melhor determina a longevidade de sementes. (Harris, 2000).

Turhan e Gunasekaran (2002) determinaram as isotermas de adsorção para sementes recobertas e nuas de algodão em uma faixa de umidade relativa entre 11 e 100%, e nas temperaturas de 5, 15, 25, 35, e 45 °C. A equação de Guggenheim-Anderson-de Boer (GAB) (Van den Berg, 1984) descreveu satisfatoriamente o comportamento da sorção das amostras. As sementes recobertas com amido de milho, obtidas de fontes comerciais, absorveram menos umidade que as sementes nuas na região capilar e apresentaram maior teor de umidade na região da monocamada. Além disso, as sementes recobertas liberaram um menor calor de adsorção do que as sementes nuas nas mesmas condições. Como conclusão, os autores inferiram que a aplicação do recobrimento é vantajosa sob o ponto de vista da adsorção de vapor d'água.

Almeida (2002) recobriu sementes de brócolos em leito de jorro e leito fluidizado com uma suspensão polimérica de hidroxietilcelulose. Notou-se que durante as análises de reabsorção de vapor d'água, as sementes recobertas em leitos de jorro apresentaram inferior ganho de umidade, comparado às sementes não recobertas. Sendo assim, concluiu-se que a hidroxietilcelulose apresentou discreto comportamento protetor no recobrimento das sementes.

Nos ensaios em leito fluidizado, a umidade das sementes testemunhas manteve-se sempre superior aos valores de umidade das sementes recobertas, atingindo cerca de 33% de umidade após 24 horas de análise. Desta forma, concluiu-se que em condições de alta umidade e temperatura ambiente, o recobrimento com a suspensão de hidroxietilcelulose não proporcionou alterações na absorção de vapor de água das sementes. Este resultado foi

relacionado ao inferior crescimento das sementes recobertas, que produziu uma camada muito fina, podendo não ter propiciado suficiente cobertura.

Silva (1997) avaliou o grau de umidade e da higroscopicidade de 5 tipos de péletes de alface, confeccionados com os seguintes materiais de enchimento: areia fina, areia grossa, calcário fino, calcário grosso e núcleo de calcário revestido de areia. Como cimentante, utilizou-se uma mistura de argila bentonita e cola à base de PVA (Acetato de Polivinila).

A higroscopicidade dos materiais, tendo como base os péletes secos a 38-40 °C foi relativamente pequena, pois após 4 dias de exposição ao ambiente de laboratório, verificou-se um acréscimo médio de apenas 0,54% de umidade. O máximo de higroscopicidade (0,66%) foi obtido para os péletes confeccionados com calcário fino. Utilizando o processo de secagem a 105 °C para as determinações de umidade, observou-se maior diferença dos teores de umidade em relação ao teste anterior, mas confirmou-se a baixa higroscopicidade dos materiais, por apresentar valores de absorção de umidade inferiores a 0,6%. O equilíbrio higroscópico foi estabelecido após 2 dias do teste.

Os péletes utilizados nos dois testes, embalados em sacos de polietileno e armazenados em ambiente de laboratório, apresentaram grau médio de umidade de 0,61 %, indicando que os materiais utilizados na peletização não retiveram umidade e que o processo de secagem a 38-40 °C por 24 horas foi suficiente para retirar toda a água aplicada durante o processo de peletização. As sementes despeletizadas apresentaram em média 6,7% de umidade, indicando que o processo de secagem foi suficiente para colocá-las ao nível de umidade adequado para o armazenamento em embalagem impermeável.

2.5 PROCESSOS EM LEITOS MÓVEIS

2.5.1 GRANULAÇÃO EM LEITOS DE JORRO

A utilização de um leito de jorro para a produção de grãos de tamanhos milimétricos, partido-se de suspensões, foi primeiramente proposta por Berquin (1961) que, seis anos mais tarde registrou uma patente sobre o assunto na França (Berquin, 1966). Nestes processos, uma fase líquida é injetada na base do leito de partículas do material a ser granulado, juntamente com o gás de entrada aquecido. A Figura 2.5 apresenta o esquema do sistema de granulação, incluindo um arranjo para reciclo do material abaixo e acima do especificado.

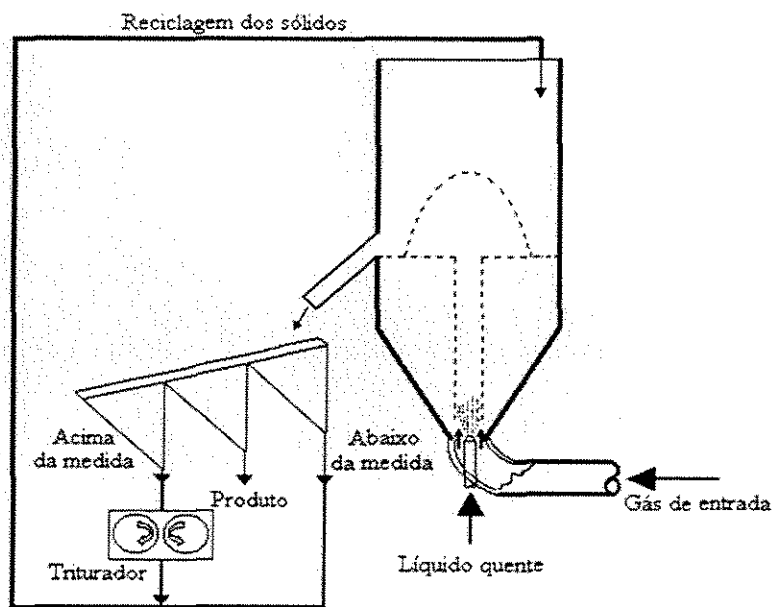


Figura 2.5 – Processo de granulação em um sistema de leito de jorro (Berquin, 1966).

Uma fina camada do líquido é depositada sobre as partículas em seu movimento cíclico à medida que passam através do líquido atomizado. A camada líquida é seca pela ação do gás quente enquanto as partículas movimentam-se para cima na região de jorro e para baixo na região anular. Assim sendo, uma nova partícula se forma através de um mecanismo de crescimento camada por camada devido ao movimento cíclico das partículas. Cada camada pode ser seca antes da deposição da próxima camada.

Os grãos produzidos por esse mecanismo apresentaram-se bem arredondados e de estrutura uniforme, já que qualquer irregularidade foi naturalmente nivelada com a deposição de novas camadas. O processo se auto-sustenta para processos contínuos e forma produtos de tamanhos uniformes com pequenas proporções de partículas maiores e menores que o especificado. Outros dados sobre granulação de fertilizantes em dois leitos de jorro com 15 e 160; 36 e 152 cm de diâmetro e altura, respectivamente, foram registrados numa patente em Londres (Nichols, 1966). As taxas de produção citadas foram de 2 a 3 kg/h para o leito menor e de 200 kg/h para o maior.

Dados extensos sobre granulação de materiais tais como pigmentos inorgânicos, tintas orgânicas e outras substâncias sensíveis ao calor, foram registrados por Romankov e Rashkovskaya (1968), tanto para escala de bancada, quanto para unidades de tamanho industrial. O sistema utilizado pelos soviéticos foi essencialmente o mesmo de Berquin (1966), mas utilizaram diferentes arranjos na alimentação e descobriram que materiais pastosos e viscosos, introduzidos no topo do leito através de um alimentador vibracional (como mostrado na Figura 2.6), podem ser bem empregados na granulação ou secagem.

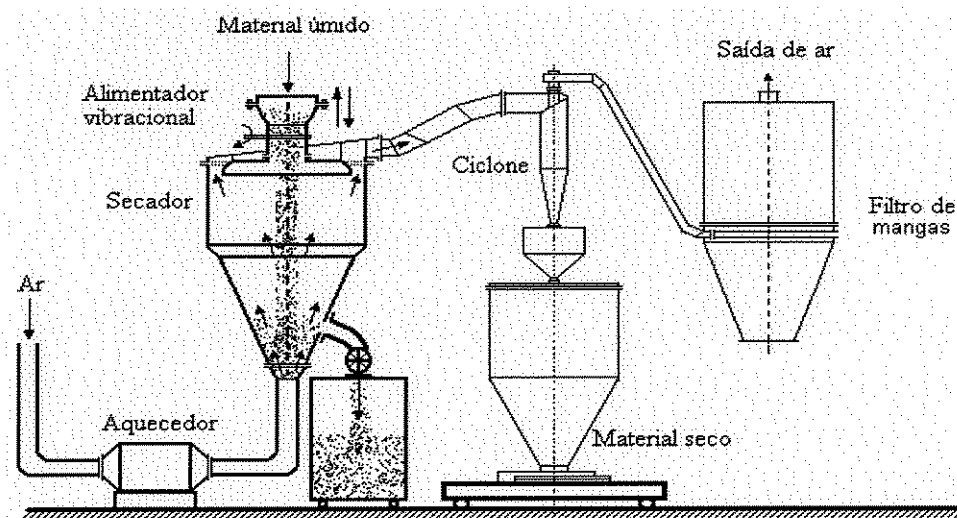


Figura 2.6 – Instalação de um leito de jorro industrial para granulação ou secagem de materiais pastosos. (Reproduzido de Romankov e Rashkovskaya, 1968).

Um estudo experimental da cinética de crescimento de partículas em um granulador de leito de jorro sem reciclagem de sólidos, foi realizado por Uemaki e Mathur (1973), utilizando sulfato de amônia como fertilizante. A taxa líquida de crescimento, sob certas condições operacionais, permaneceu independente do diâmetro médio (Sauter) do

leito de partículas (até um diâmetro médio de 3,4 mm, o qual foi o máximo alcançado nos experimentos), e aumentou proporcionalmente com o aumento da vazão da suspensão de granulação.

2.5.2 CARACTERÍSTICAS DOS RECOBRIMENTOS

2.5.2.1 DISTRIBUIÇÃO INICIAL DE TAMANHO DAS PARTÍCULAS

Uma das restrições impostas ao uso de leitos de jorro como recobridores ou granuladores está relacionada ao tamanho das partículas. Os materiais devem ser "jorráveis", o que significa dizer que devem pertencer ao grupo D da classificação de Geldart (Figura 2.7).

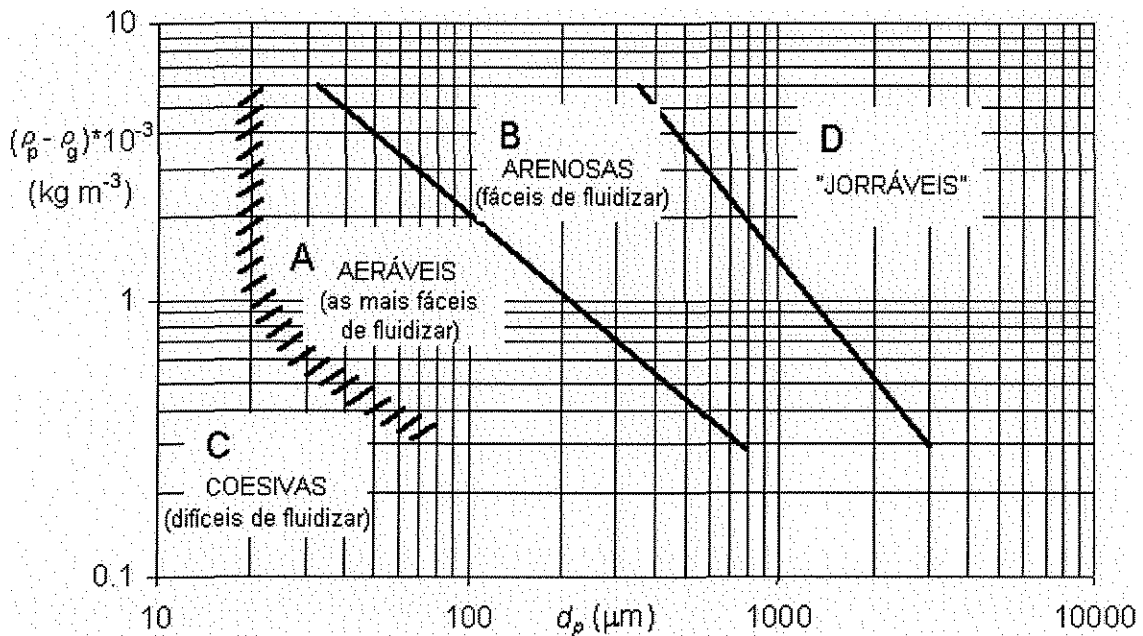


Figura 2.7 – Classificação das partículas de Geldart (Geldart, 1973).

De acordo com Maronga (1998), a classificação de Geldart é uma boa referência para decidir a adequação das partículas nos recobrimentos. As partículas do grupo C, por exemplo, são inadequadas para processo de recobrimento porque, não apenas são difíceis de fluidizar, mas também aglomeram com muita facilidade. As partículas do grupo A e B fluidizam bem e são ideais nos sistemas de recobrimento em leitos fluidizados convencionais.

interparticulares são menores em comparação com a força de arraste. Muitos pesquisadores estudaram processos de recobrimento em leitos de jorro, utilizando partículas do grupo D com diversos tamanhos. Kucharski e Kmiéc (1989), por exemplo, recobriram comprimidos com diâmetros variando entre 7 a 12 mm, Choi e Meisen (1997) recobriram partículas de uréia com cerca de 2mm de diâmetro e Almeida (2002) recobriu sementes de brócolos com diâmetro médio de 1,6 mm.

Lehmann e Dreher (1981) conseguiram depositar filmes de 10 a 20 μm de espessura sobre partículas com diâmetros variando entre 10 μm a 10 mm, utilizando-se leito fluidizado e leito de jorro. Deduziu-se que: partículas pequenas, com diâmetros menores que 100 μm , têm uma maior tendência a aglomerar; partículas entre 100 e 800 μm são as melhores para recobrir; e que aquelas acima de 1 mm, embora possam ser recobertas com facilidade, tendem a sofrer danos devido ao atrito no interior do sistema. Mostrou-se também que partículas com a mesma composição química, mas provenientes de fontes diferentes, resultaram em produtos com diferentes distribuições das camadas de recobrimento, apesar da utilização do mesmo equipamento, mesmo material de recobrimento e mesmas condições físicas.

A tendência das menores partículas em aglomerar facilmente também foi registrada nos resultados obtidos por Saleh *et al.* (1998). Smith e Nienow (1983) reforçaram de uma maneira mais geral, o fato de que o tamanho das partículas influencia o tipo de crescimento e que, mesmo sob condições físicas e hidrodinâmicas similares, as menores partículas apresentam maior propensão à aglomeração. Em leitos de jorro, Robinson e Waldie (1979) e Liu e Litster (1993b) confirmaram a forte dependência da distribuição de massa dos recobrimento sobre a distribuição inicial do tamanho das partículas.

Iley (1991) alertou para o fato de que, se a distribuição do tamanho das partículas não for controlada, isto é, se variarem muito em tamanho, provavelmente ocorrerá uma competição entre a formação de aglomerados e de recobrimentos normais por camada. Segundo este autor, as partículas menores tendem a aderir entre si e as maiores crescem normalmente, camada por camada. Dependendo da distribuição do tamanho e do projeto do leito, há também a chance de ocorrer recobrimentos preferenciais. Concluiu-se que para evitar tais problemas, a distribuição inicial das partículas deve ser a menor possível.

2.5.2.2 ATOMIZAÇÃO DA SUSPENSÃO DE RECOBRIMENTO

O objetivo da atomização da suspensão de recobrimento é propiciar um maior contato entre as gotas atomizadas e as partículas, porém as gotas podem secar antes de colidirem com as partículas, provocando um ineficiente recobrimento. Por outro lado, se as gotas colidirem e aderirem às superfícies das partículas, na melhor das hipóteses, ocorrerá a coalescência das gotas antes da secagem, proporcionando um recobrimento homogêneo. A superposição de diferentes camadas de gotas sobre as partículas resulta na formação contínua de um filme, sendo que a composição e a espessura dependerão do material utilizado.

O sucesso da operação de recobrimento depende portanto, do espalhamento das gotas sobre a superfície das partículas depois da colisão. Este fenômeno é uma função da molhabilidade das partículas e requer uma energia de contato (Briant, 1989; Yvon *et al.*, 1994). Existem numerosos trabalhos sobre a molhabilidade de materiais (Allais, 1997; Link e Schlünder, 1997) e sobre a força de ligação entre partículas (Schubert, 1981).

De forma resumida, a energia de contato depende do ângulo de contato entre as três fases presentes (sólido, líquido e gasoso). Este ângulo depende das características físicas e químicas do líquido e da superfície das partículas (higroscopicidade, rugosidade). Sob algumas condições e suposições (superfícies planas, homogêneas, isotrópicas e não deformáveis), a energia de contato pode ser expressa como um coeficiente de molhabilidade (W_m):

$$W_m = \gamma_{sv} - \gamma_{lv} - \gamma_{sl} \text{ (J)} \quad (2.5)$$

em que: γ_{sv} é a tensão interfacial entre o sólido e o vapor (J);
 γ_{lv} é a tensão interfacial entre o líquido e o vapor (J);
 γ_{sl} é a tensão superficial entre o sólido e o líquido (J).

Um líquido pode molhar uma superfície se o coeficiente for maior que zero ($W_m > 0$). A função do operador em leitos móveis é portanto, estabelecer no leito condições adequadas para a molhabilidade, permitindo um bom recobrimento e, ao mesmo tempo manter o movimento das partículas durante o processo (Teunou e Poncelet, 2002).

2.5.2.3 LOCALIZAÇÃO DO BICO ATOMIZADOR

Nos anos 50, costumava-se utilizar bocais de atomização localizados no topo dos leitos, porém mostrou-se ineficiente, em termos da qualidade do recobrimento e do material depositado, ou seja, a produção de finos era ocasionada pela secagem antecipada das gotas atomizadas. Assim sendo, apesar da grande capacidade e disponibilidade, além da facilidade de atomização, buscou-se outras posições nos leitos.

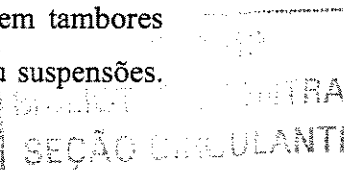
Durante os anos 60, a opção, inspirada pelos trabalhos de Würster (Würster, 1950), foi atomizar os líquidos de recobrimento no fundo dos leitos. Esse sistema de atomização aumentou consideravelmente a colisão entre as partículas e as gotas, apresentou maior eficiência de recobrimento, e reduziu a ocorrência do fenômeno "spray drying" (secagem das gotas antes da colisão com as partículas). Os leitos móveis utilizados nesta opção foram muito eficientes nos recobrimentos de comprimidos, mas para partículas pequenas, o risco de aglomeração foi acentuado por causa do umedecimento excessivo das partículas.

Os dois parágrafos anteriores foram apresentados por Teunou e Poncelet (2002), os quais citam ainda outra localização dos bocais de atomização submersos ao leito de partículas. Nienow e Rowe (1985) apresentaram um estudo sintetizado sobre a posição dos bocais durante os processos de recobrimento. Outros estudos têm mostrado o efeito da posição dos bocais sobre o tamanho dos aglomerados produzidos (Davies e Gloor, 1971; e Whitehead, 1981). Um estudo mais recente sugere que o número de bocais não é um fator importante na determinação da taxa de recobrimento em leitos fluidizados (Eldredge e Drown, 1998).

Apesar da tendência dos bocais localizados no topo dos leitos em apresentar excessiva elutriação, conseqüentemente baixa eficiência, são freqüentemente escolhidos para evitar o colapso úmido, normalmente associada aos bocais de fundo e submersos (Nienow, 1995). Além disso, como registrado por Wnukowski (1989), é possível reutilizar os materiais elutriados para o mesmo processo de recobrimento.

2.5.2.4 SUSPENSÃO DE RECOBRIMENTO

Nos primeiros processos de recobrimento em leitos fluidizados e em tambores rotativos, solventes orgânicos foram utilizados na preparação das soluções ou suspensões.



Estes solventes permitiram um rápido recobrimento em vazões e temperaturas de fluidização relativamente baixas, porém seu uso declinou por causa das regulamentações restritivas à higiene industrial, aos ambientes de trabalho e às medidas de segurança. A utilização de soluções ou suspensões aquosas passou então a ser utilizada, exigindo maiores capacidades de fluidização e sistemas de aquecimento mais eficientes. A concentração da solução de recobrimento é limitada a uma faixa na qual permanece "atomizável" (Maronga, 1998).

Uma típica solução de recobrimento é constituída por um polímero, um plastificante, um solvente e em alguns casos, um pigmento. Somente uma combinação apropriada destes quatro componentes alcançará uma solução com propriedades desejadas. Existem muitos estudos sobre as características dos recobrimentos formados com diferentes combinações de ingredientes.

Lehmann e Dreher (1981) mostraram que, mesmo sob condições físicas similares, a mudança no tamanho e/ou na concentração dos materiais de recobrimento produzirá coberturas de diferentes tamanhos e com diferentes características. Outros trabalhos também mostraram o efeito da quantidade e concentração das soluções de recobrimento sobre o produto final (Schaefer e Worts, 1977; Smith e Nienow, 1982), e muitos concluíram que a qualidade e quantidade das soluções afetam as características dos recobrimentos formados (Horváth e Ormós, 1989a; Laicher *et al.*, 1993; Link e Schlünder, 1997).

Além da influência do tipo de material utilizado, outros fatores afetam a qualidade das partículas recobertas. A pressão do ar de atomização nos bocais é um parâmetro crítico que afeta a qualidade de partículas recobertas. Essa pressão afeta inversamente o tamanho das gotas e conseqüentemente, influencia o crescimento e as propriedades das coberturas (densidades e tamanhos diferentes, friabilidade e fluidez). De acordo com Pinto (2000), existe uma pressão ótima que promove a produção de partículas recobertas com propriedades ideais.

2.5.2.5 ESPESSURA E UNIFORMIDADE DOS RECOBRIMENTOS

Nos processos de peletização de sementes, para que os péletes produzidos sejam adequados, a qualidade dos recobrimentos deve ser estritamente controlada. Para tanto, as

condições operacionais devem ser otimizadas para cada tipo de material utilizado e o monitoramento da espessura e da uniformidade dos péletes é essencial para assegurar a adequação do processo.

Existem muitas formas de medir a distribuição do tamanho das partículas (DTP), mas muitos desses procedimentos podem ser inúteis na determinação da uniformidade dos recobrimentos. A maioria dos estudos utiliza métodos indiretos para medir a quantidade de material recoberto. Davies e Gloor (1971), Smith e Nienow (1983), Cherif *et al.* (1996) e Ichikawa e Fukumori (1996) utilizaram peneiras para medir a DTP antes e depois do recobrimento. O aumento médio do tamanho das partículas foi assumido como a espessura do recobrimento.

Weiss e Meisen (1983) mediram a quantidade de enxofre em partículas recobertas utilizando-se espectrometria ultravioleta e consideraram a média dos resultados como representativos para todas as partículas. Thiel e Nguyen (1984) utilizaram um microscópio para medir a quantidade recoberta pela observação da desintegração de comprimidos em um meio ácido. Horváth e Ormós (1989a), Kucharski e Kmiéc (1989) e Kage *et al.* (1996) utilizaram o aumento de peso para medir a espessura média dos recobrimentos, enquanto Laicher *et al.* (1993) utilizaram um teste de dissolução das amostras.

Choi e Meisen (1997) utilizaram três métodos diferentes ao mesmo tempo: mediram a massa média dos recobrimentos; utilizaram a refratometria em uma unidade recoberta; e utilizaram um refratômetro em um teste de dissolução nos recobrimentos. Wnukowski (1989) mediu a espessura dos recobrimentos quebrando as coberturas ao meio, e determinando-se individualmente as espessuras.

Iley (1991), durante o recobrimento de partículas poli-distribuídas em um leito fluidizado, concluiu que partículas grandes capturam mais recobrimentos do que partículas menores. Em outro estudo, Thiel e Sberna (1986) calcularam a uniformidade do recobrimento de amostras de partículas microencapsuladas. Horváth e Ormós (1989b) mediram a espessura média dos recobrimentos de partículas de uréia utilizando um teste de dissolução de uma pequena amostra e Oliveira (1998) obteve a uniformidade pela pesagem individual de 20 partículas.

Maronga (1998) observou que poucos estudos tratam do problema da uniformidade dos recobrimentos entre partículas e nenhum explora a questão da uniformidade individual, pois de certo modo, a medida da uniformidade dos recobrimentos dentro de uma partícula é muito difícil de se monitorar e, a menos que haja o desenvolvimento de uma tecnologia nessa área, é provável que o problema permaneça insolúvel.

2.5.2.6 CIRCULAÇÃO DAS PARTÍCULAS

O movimento das partículas exerce uma enorme influência sobre as transferências de calor e massa das partículas a serem recobertas em leitos de jorro. Muitos estudos têm demonstrado que a circulação das partículas nestes equipamentos é mais vantajosa que na maioria dos outros recobridores ou granuladores.

Heil (1984) e Choi e Meisen (1997) indicaram que o fluxo em leitos de jorro e em leitos de jorro fluidizados pode ser dividido em duas regiões: uma sendo a ativa, região da fonte, onde ocorre a atomização do líquido de recobrimento; e a outra, envolvendo o resto do leito, onde as partículas são misturadas.

O primeiro recobridor de leito fluidizado comercial (Würster, 1953) continha um cilindro interno (também conhecido como tubo interno) para melhorar o movimento das partículas, porém esta montagem causou uma redução global na mistura. Kalwar e Raghavan (1993) aplicaram esta técnica em leito de jorro bidimensional, acoplando placas internas. Concluiu-se que o controle da taxa de circulação de sólidos foi mais efetiva.

Muitos estudos têm mostrado a importância do fluxo de partículas na região ativa sobre o processo global de recobrimento (Horváth e Ormós, 1989b; Becher e Schlünder, 1998; Choi e Meisen, 1997). Wnukowski e Setterwall (1989) concluíram que para gerar recobrimentos mais uniformes, a região ativa deve ser a maior possível, com altas taxas de misturas, e a vazão de atomização deve ser mantida tão baixa quanto tecnológica e/ou economicamente possível. Essas recomendações são confirmadas pela prática em indústrias farmacêuticas, onde os leitos são de tamanhos pequenos com ciclos operacionais de várias horas (Maronga, 1998).

2.5.2.7 DISTRIBUIÇÃO DE TEMPERATURA E UMIDADE

Em leitos de jorro, as transferências de calor e massa ocorrem simultaneamente durante o recobrimento de partículas. Como explicado em estudos de fluidização por Reay e Baker (1985), Muroyama e Fan (1985), Agrawal e Ziegler (1969) e Kunii e Levenspiel (1991), as leituras da temperatura e umidade são indicadores dessas transferências. O tipo, qualidade e espessura de qualquer revestimento são determinados, entre outros fatores, pela temperatura e umidade da região de atomização e do resto do leito (Nienow e Rowe, 1985; Davies e Gloor, 1971; Laicher *et al.*, 1993).

O efeito da distribuição da temperatura sobre a formação de revestimentos e especialmente na produção de aglomerados, tem sido estudado, principalmente em recobridores de leitos fluidizados. Schaefer e Worts (1977) investigaram os efeitos da temperatura e umidade do gás de fluidização sobre o tamanho dos aglomerados formados. Concluiu-se que houve uma proporcionalidade inversa entre o tamanho dos aglomerados e a diferença entre a temperatura de bulbo seco medida na entrada e a temperatura de bulbo úmido medida na saída do leito. Desta forma, acreditou-se que partículas de tamanhos similares poderiam ser obtidas mantendo-se constante a força motriz da transferência de calor.

Ainda em leitos fluidizados, Davies e Glorr (1971) esclareceram que uma temperatura de fluidização muito alta resulta em pouco ou nenhum crescimento de partículas, enquanto que temperaturas muito baixas provavelmente causarão o colapso devido ao estrangulamento úmido. Horváth e Ormós (1989a), durante o recobrimento de drágeas, encontraram diferenças nas características dos recobrimentos pela variação da temperatura de fluidização, ainda que utilizando-se o mesmo tipo de material. Já em leitos de jorro fluidizados, Becher e Schlünder (1998) concluíram que a temperatura do gás de jorro é crucial na otimização do processamento e minimização da formação de aglomerados nos recobrimentos de partículas.

Wnukowski (1989) atomizou água do topo de um leito fluidizado sobre partículas de vidro e identificou três temperaturas em três distintas regiões: a primeira, perto da placa distribuidora; outra no topo, perto do bocal de atomização; e a terceira, compreendida no volume do leito de partículas, intercalada entre as outras duas regiões. Foi estabelecida uma

intensa transferência de calor entre o gás de entrada e as partículas na região próxima à placa distribuidora. Porém, com exceção da região de atomização, pouco calor foi transferido na região remanescente.

Maronga (1998) verificou que poucos são os estudos sobre a distribuição da temperatura durante o processo de recobrimento e menos ainda sobre a distribuição da umidade dentro dos leitos.

2.5.2.8 MECANISMO E CINÉTICA DE CRESCIMENTO

Para a granulação ou recobrimento em leitos de jorro ou fluidizado, o atrito entre as partículas deve ser o menos intenso possível para assegurar que a massa das coberturas permaneça aderida às partículas em cada ciclo de colisão com as gotas atomizadas. Esse mecanismo é conhecido como crescimento por camadas sucessivas.

Dependendo das condições operacionais e das características das partículas e dos materiais de recobrimento utilizados, vários processos podem ocorrer dentro dos leitos. O fenômeno resumido na Figura 2.8 é baseado nos possíveis mecanismos sugeridos por Nienow (1995) e Cherif *et al.* (1996). Uma vez que a suspensão ou solução de recobrimento é atomizada, as gotas resultantes podem ou não obter êxito em colidir com a superfície das partículas. As gotas que não atingirem as partículas poderão ser elutriadas se os materiais de recobrimento forem leves, e podem permanecer no leito se forem suficientemente pesados causando, possivelmente, a formação de aglomerados indesejáveis.

Quando a colisão ocorre com sucesso, as gotas atomizadas umedecem a superfície das partículas e dependendo das condições operacionais, essas partículas úmidas podem colidir com outras partículas para formar pontes líquidas ou podem secar resultando no crescimento desejado por camadas (Sastry e Fuerstenau, 1973). Se ocorrer excessivo umedecimento, muitas partículas formarão pontes entre si, juntando-se para formar grandes aglomerados, os quais podem causar o colapso do leito em um fenômeno conhecido como colapso úmido (Nienow e Rowe, 1985).

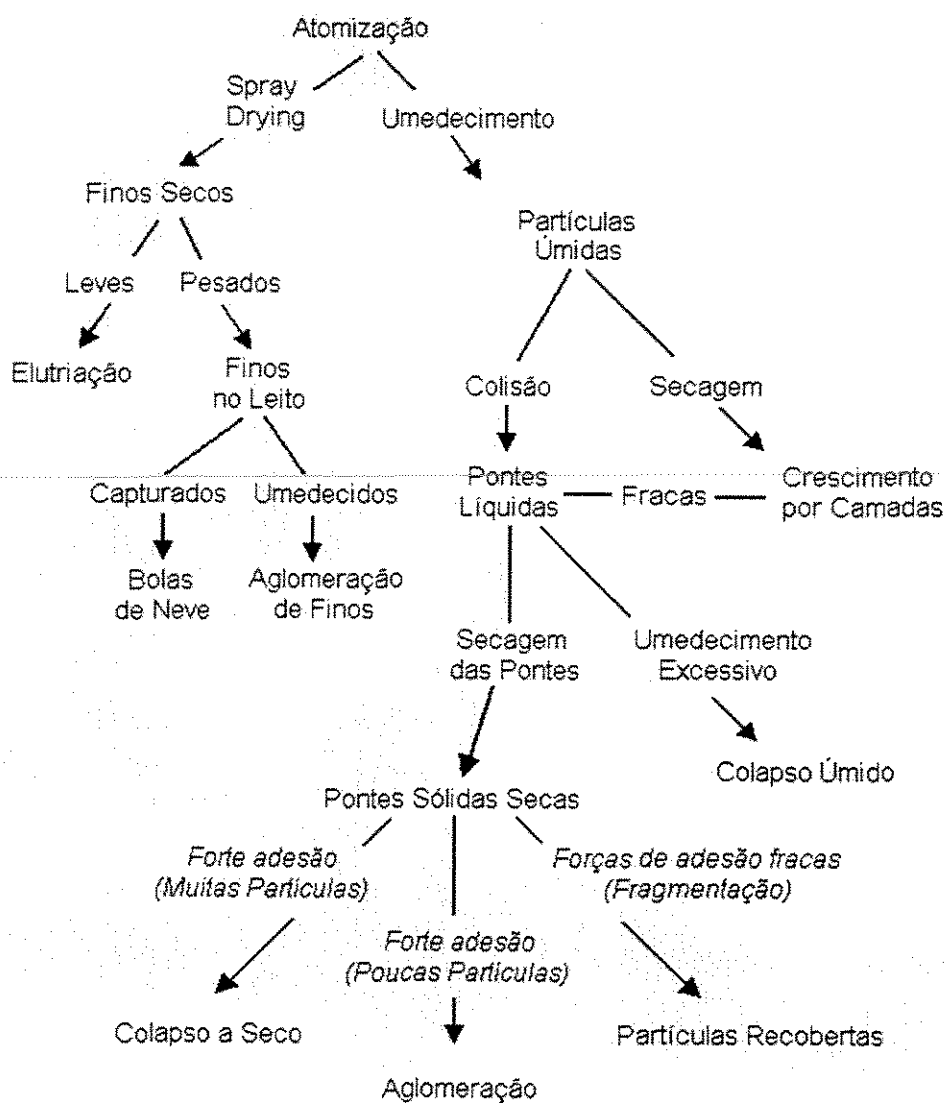


Figura 2.8 - Ocorrência dos possíveis fenômenos em um processo de recobrimento em leitos fluidizados (baseados em Nienow, 1995 e Cherif *et al.*, 1996).

No caso de partículas moderadamente umedecidas, algumas permanecerão juntas quando suas pontes líquidas secarem e, dependendo da força de coesão, poderão ou não permanecer aglomeradas. Se a força de coesão for suficientemente forte, e as pontes sólidas ocorrerem em muitas partículas, então o leito poderá eventualmente entrar em colapso. Este fenômeno também é conhecido como colapso a seco. Ao mesmo tempo, se as forças de coesão forem fortes, mas mantendo juntas apenas algumas partículas, o processo continuará até resultar em possíveis formações de grandes aglomerados (bolas de neve). Por outro lado, se as forças de adesão forem fracas, as pontes se quebrarão propiciando um recobrimento normal (Maronga, 1998).

O desafio para se obter sucesso neste processo é portanto, assegurar que os materiais de recobrimento atinjam as partículas a serem recobertas sem excessivo umedecimento. Além disso, deve-se assegurar que as pontes líquidas, formadas pelas colisões de partículas úmidas, se quebrem durante a secagem para permitir que os materiais de recobrimento permaneçam aderidos às superfícies de cada partícula (Maronga, 1998).

Muitos pesquisadores investigaram os mecanismos de crescimento em leitos de jorro e fluidizado e suas conclusões diferem, dependendo das suposições e aproximações feitas no desenvolvimento dos modelos. Smith e Nienow (1983) por exemplo, desenvolveram um modelo baseado na hipótese de que o material de recobrimento é uniformemente distribuído sobre toda a população de partículas. Entretanto, os resultados de distribuição das partículas obtidos por Kucharski e Kmiéc (1989), mostraram que o crescimento camada por camada, por unidade de tempo em um leito de jorro, não é uniforme para todas as partículas.

Lehmann e Dreher (1981) apresentaram resultados no processo de recobrimento de comprimidos, os quais mostram que a distribuição de tamanho do produto final não se assemelha ao das partículas iniciais, como seria de se esperar se o crescimento fosse uniforme. Smith e Nienow (1983) desenvolveram um mecanismo de crescimento em um leito fluidizado e concluíram que todo crescimento se inicia com a aglomeração das partículas. Portanto, se as ligações que mantêm as partículas unidas não forem suficientemente fortes, se quebrarão e, dependendo da magnitude desta quebra, poderá ocorrer o estrangulamento do leito, formação de aglomerados ou crescimento esperado, camada por camada. Mecanismos de crescimento similares foram sugeridos por Cherif *et al.* (1996), Link e Schlünder (1997), e por Passos e Mujumdar (2000).

Pavarini e Coury (1987) granularam partículas de rocha fosfáltica com amido de milho utilizando um leito de jorro convencional com 14 cm de diâmetro, apresentando ângulo de inclinação de 60° e um diâmetro do orifício de entrada de 1,75 cm. Os resultados obtidos demonstraram que a esfericidade dos grãos formados tende a aumentar com o tempo de granulação. A taxa de crescimento aumentou com o aumento do teor do ligante, porém não se alterou com o aumento da temperatura do ar de entrada entre 80 a 140 °C. A resistência mecânica dos grãos aumentou com o tempo de granulação e com o teor de

ligante. A taxa de elutriação foi alta e o tamanho dos grãos aumentou exponencialmente com o tempo de granulação.

Wnukowski (1989) empregou o modelo de compartimento duplo para estudar o movimento das partículas e desenvolver um mecanismo de crescimento em leitos fluidizados. Mostrou-se que, pela análise em volta do dispositivo de atomização, é possível derivar uma equação básica que governe a deposição do líquido e, juntamente com a distribuição do tempo de residência, desenvolver um mecanismo para o crescimento das partículas. Concluiu-se que, para sistemas em batelada, a massa do recobrimento apresenta uma distribuição normal e a variância é função linear do tempo de recobrimento. Para sistemas contínuos com classificação seletiva, a massa de recobrimento apresenta uma distribuição quase exponencial.

Iley (1991) e Saleh *et al.* (1998) notaram que partículas de diferentes tamanhos capturam quantidades diferentes de recobrimentos e que a porosidade das partículas afeta a qualidade do recobrimento.

Kucharski e Kmiéc (1986) apresentaram a simulação dinâmica do processo de recobrimento e da secagem de comprimidos em leito de jorro. Foi desenvolvido um modelo com base na existência de duas regiões distintas no leito de jorro. Na primeira, região central, onde ocorre o recobrimento e a secagem das partículas, foi assumida a existência de três fases sólidas: a fase inerte; a camada de recobrimento e fase sólida atomizada. Na segunda, região anular, onde ocorre a secagem do resíduo de umidade e o transporte dos grânulos até a região de atomização, foi considerada a existência de duas fases sólidas: a fase inerte e a camada de recobrimento.

A modelagem do processo de granulação foi baseada na existência de vários processos independentes que ocorrem simultaneamente. Foram descritos os fenômenos fluidodinâmicos, os fenômenos de transferência de calor e massa, a distribuição de temperatura e umidade no equipamento, o crescimento das partículas e o efeito que isto provoca nos demais processos.

O sistema de equações necessárias a estas descrições foi obtido por balanços de quantidade de movimento, energia, massa e de correlações empíricas. A análise do modelo foi realizada por meio de dados experimentais, obtendo-se boa concordância dos valores

médios relativos aos coeficientes de transferência de calor e massa experimentais com os valores estimados pelo modelo, mostrando as possibilidades em prever a fluidodinâmica, as distribuições de temperatura e a umidade no equipamento. O modelo possibilita investigar os efeitos de parâmetros iniciais no processo, tais como geometria do leito, altura do leito estático, diâmetro das partículas e vazões de ar e de líquido. Entretanto, as correlações apresentadas limitam-se às condições experimentais.

Kucharski e Kmiéc (1988), prosseguindo seus estudos, analisaram a influência dos parâmetros do processo sobre a distribuição de massa das partículas e sobre o coeficiente de granulação (β), durante o processo de recobrimento de comprimidos em leito de jorro. O coeficiente de granulação foi definido como sendo a razão entre a massa de material aderido e a massa total adicionada ao leito. Dos resultados obtidos, concluiu-se que a distribuição de massa no produto segue o modelo log-normal, dependente das variáveis envolvidas no processo. Na Tabela 2.1 apresenta-se a lista de algumas dessas variáveis.

Tabela 2.1 – Algumas variáveis envolvidas no processo de recobrimento de partículas em leitos de jorro (Kucharski e Kmiéc (1988)).

VARIÁVEL	SÍMBOLO
Ângulo da base cônica	θ
Altura estática do leito	H_0
Concentração da suspensão de recobrimento	C_s
Diâmetro médio de Sauter da partícula	\bar{d}_p
Massa específica real da partícula	ρ_{rp}
Diâmetro da coluna do leito	D_c
Diâmetro do bocal de entrada	D_b
Esfericidade	ϕ
Massa média da partícula	\bar{m}_{p0}
Porosidade da partícula	ε_p
Pressão do ar de atomização	P_{at}
Temperatura de entrada do ar	T_e
Tempo de atomização	t_{at}
Vazão mássica de ar	W_g
Vazão volumétrica da suspensão	Q_s
Vazão volumétrica do ar de atomização	Q_{at}

Verificou-se também que o produto obtido é uniforme e resistente mecanicamente. Com o auxílio de análise dimensional e tratamento estatístico dos resultados experimentais, foi proposta uma correlação empírica descrevendo o efeito de parâmetros do processo no coeficiente de granulação (β), conforme a seguinte equação:

$$\frac{\beta}{\beta_{in}} = 0,3253 Re_p^{1,0887} \left[\frac{\overline{H}_o}{\overline{d}_p} \right]^{-0,0646} \left[\frac{W_s^*}{W_g} \right]^{0,0393} [1 - C_s]^{1,0074} \phi^{-5,5280} \quad (2.6)$$

A eficiência de fixação inercial das gotas atomizadas da solução de recobrimento sobre a superfície das partículas inertes (β_{in}) pode ser estimada pela seguinte equação:

$$\beta_{in} = \frac{Stk^2}{(Stk + 0,25)^{1,012}} \quad (2.7)$$

e Stk pela seguinte definição:

$$Stk = \frac{\overline{d}_p^{gat^2} \rho_s u_{g,c}(h = 0,002m)}{36 \mu_{g,c} \overline{d}_p} \quad (2.8)$$

O diâmetro médio de Sauter das gotas atomizadas (\overline{d}_p^{gat}) foi estimado pela correlação de Nukiyama e Tanasawa (1939), e a velocidade do gás na zona central do leito de jorro $u_{g,c}$, no nível de altura $h=0,002$ m, é fornecida pela equação de Kmiéc (1980):

$$\frac{u_{g,c}(h = 0,002m)}{u_t} = M \exp \left[N \left(\frac{0,002}{H_o} \right) \right] \quad (2.9)$$

em que:

$$M = -9,032 \left(\frac{d_o}{D_c} \right) + 4,258 \quad (2.10)$$

$$N = 3,578 \left(\frac{d_o}{D_c} \right) - 1,475 \quad (2.11)$$

Em outro trabalho, Kucharski e Kmiéc (1989) estudaram a cinética de crescimento das partículas durante o processo de recobrimento de comprimidos em leito de jorro. Analisaram o efeito da velocidade média do gás, diâmetro médio de Sauter das partículas inertes e altura do leito estático sobre os parâmetros estáticos e dinâmicos do leito de jorro. Para tanto, os autores empregaram o modelo matemático descrito anteriormente, sendo que as equações foram resolvidas por métodos numéricos.

Verificou-se um aumento de massa no leito com o tempo de processo, provocando em consequência, um aumento na altura do leito estático, aumentos do diâmetro e da densidade das partículas, e uma expansão do leito, resultando em uma variação desfavorável do tempo de residência das partículas na região de atomização e, conseqüentemente, produzindo um recobrimento irregular das partículas. Verificou-se também que um longo tempo de residência reduz a uniformidade do produto.

Os autores propuseram um modelo descrevendo a cinética de crescimento das partículas durante o processo, de acordo com a seguinte equação:

$$\bar{d}_{p,f}^{gr} = \bar{d}_{p,i}^t \left[1 + \frac{\beta W_s^* C_s t_{proc} \rho_p}{m_L \rho_{rec}} \right]^{1/3} \quad (2.12)$$

Baseando-se na Equação 2.12, os autores sugerem que um modelo geral da cinética de crescimento é do tipo:

$$\frac{\bar{d}_{p,f}}{\bar{d}_{p,i}} = f(t_{at}) = f(A', B', C') \quad (2.13)$$

em que:

$$A' = f_A \left[\bar{d}_p ; \bar{d}_{p,i} ; H_0 ; \rho_p ; \varepsilon_p ; \phi \right] \quad (2.14)$$

- que leva em consideração as propriedades físicas do leito;

$$B' = f_B \left[W_s ; C_s ; \rho_s ; U_0^s ; \bar{d}_p^s \right] \quad (2.15)$$

- que leva em consideração as propriedades físicas da solução atomizada e

$$C' = f_C \left[u_{g,cc} ; \rho_{g,cc} ; \mu_{g,cc} ; W_g \right] \quad (2.16)$$

- que leva em consideração a fluidodinâmica do gás.

Oliveira (1992) recobriu partículas de alumina com uma suspensão de sacarose, talco e água destilada em um leito de jorro convencional com 14 cm de diâmetro, 60° de inclinação, e diâmetro do orifício de entrada de 3,9 cm. Baseando-se nos estudos de Kucharski e Kmiéc (1988), Oliveira avaliou a taxa de aumento de massa das partículas (k_1) como função da temperatura do ar de entrada, da razão entre a vazão mássica da suspensão e a vazão mássica total de ar (W_s/W_g), e da razão entre a vazão do ar de jorro e a vazão na condição de jorro mínimo (W_g/W_{jm}).

Para estudar o efeito das variáveis no processo de recobrimento, Oliveira (1992) realizou um planejamento fatorial 3^3 completo e verificou um acréscimo da taxa de aumento de massa nas partículas com o aumento de W_s/W_g (vazão mássica da suspensão/vazão mássica total do ar) e com o aumento de W_g/W_{jm} (vazão de ar/vazão de jorro mínimo). A eficiência do processo aumentou com o aumento W_s/W_g e diminuiu com o aumento de W_g/W_{jm} . A temperatura do ar de entrada não exerceu influência significativa sobre a taxa de aumento de massa (k_1) nem sobre a eficiência do processo (η). Os modelos estimados no planejamento experimental para k_1 e η foram os seguintes:

$$k_1 = \left(-4,18 + 1,66 \frac{W_s}{W_g} + 2,17 \frac{W_g}{W_{jm}} \right) / 1000 \quad (2.17)$$

$$\eta = -334 + 9,4 \frac{W_s}{W_g} + 515,4 \frac{W_g}{W_{jm}} - 1,58 \left(\frac{W_s}{W_{jm}} \right)^2 + 4,1 \left(\frac{W_s}{W_g} \right) \left(\frac{W_g}{W_{jm}} \right) \quad (2.18)$$

Oliveira (1992) desenvolveu, também, um modelo para o crescimento de diâmetro (Equação 2.19), com base no balanço de sólidos no leito e considerando as seguintes aproximações: o volume unitário das partículas sendo igual ao volume de uma esfera; e que todas as partículas encontram-se uniformemente recobertas, chegando a:

$$\frac{\bar{d}_p}{\bar{d}_{p,0}} = \left(1 + \frac{\rho_p}{\rho_{rec}} k_l t_{proc} \right)^{1/3} \quad (2.19)$$

A faixa de variáveis utilizada foi a seguinte: temperatura do ar de entrada = 67 a 83 °C; $W_g/W_{jm} = 1,5$ a 1,7; $W_s/W_g = 2,63 \times 10^3$ a $4,71 \times 10^3$.

Conceição Filho *et al.* (1997) recobriram sementes de soja com fertilizantes e amido de milho em um leito de jorro com 21 cm de diâmetro, 60° de inclinação e diâmetro do orifício de entrada de 3,5 cm. Os experimentos foram divididos em duas séries. Primeiramente, foram realizados os ensaios preliminares para estabelecer as melhores condições para a concentração de ligante e para o tempo total de processo.

A faixa estudada foi de 20 a 50 kg/m³ para a concentração de ligante, e de 1200 a 1800 segundos para o tempo total de processo. Neste caso, foram mantidos fixos: a vazão do ar de jorro em 0,047 m³/s; a vazão de suspensão em $2,5 \times 10^{-7}$ m³/s; a temperatura do ar de jorro em 40°C e a pressão do ar de atomização em 1kgf/cm², correspondendo a uma vazão do ar de atomização de $3,9 \times 10^{-4}$ m³/s.

A partir dos resultados, concluiu-se que o aumento da concentração do ligante diminuiu a capacidade de germinação das sementes recobertas, porém aumentou o rendimento do processo. Além disso, o aumento do tempo de processo reduziu o poder germinativo. Assim sendo, foi estabelecido que a concentração de ligante e o tempo total de processo adequados deveriam ser fixados em 30 kg/m³ e 1800s, respectivamente.

Os ensaios finais foram realizados para avaliar a influência da temperatura do ar de jorro e da vazão de suspensão de fertilizantes na capacidade de germinação e no rendimento do processo. Mantendo fixas as condições recomendadas nos ensaios preliminares, e variando a temperatura do ar de jorro entre 40 a 50 °C, e a vazão da suspensão entre $1,66$ a $3,33 \times 10^{-7}$ m³/s, concluiu-se que o aumento da temperatura do ar de jorro e da vazão de suspensão reduziram tanto o rendimento do processo quanto o poder germinativo das sementes recobertas. Constatou-se também, que os teores finais de umidade das sementes foram mais baixos que os iniciais, dispensando uma etapa de secagem após o recobrimento. Por fim, os autores propuseram correlações estatísticas para a eficiência do processo (Eq. 2.20) e para a capacidade de germinação das sementes de soja

(Eq. 2.21), em função da temperatura do ar de jorro (T_j) em $^{\circ}\text{C}$, e da vazão da suspensão de fertilizantes (Q_s) em mL/min.

$$\eta = 123,48 - 0,346T_j - 5,156Q_s + 0,1384Q_s^2 \quad (2.20)$$

$$G = 370,41 - 0,974T_j - 33,23Q_s + 0,8692Q_s^2 \quad (2.21)$$

Outros dois estudos foram baseados no trabalho anterior para recobrir sementes de soja em um leito de jorro com as mesmas dimensões. No primeiro, desenvolvido por Lucas *et al.* (1998), utilizou-se o mesmo material de recobrimento. Variou-se a pressão do ar de atomização entre 1,5 a 3,0 kgf/cm², correspondendo às variações da vazão do ar de atomização entre 1200 a 2200 L/h e a vazão do ar de jorro entre 52,18 a 65,98 L/s. As variáveis fixas utilizadas foram baseadas na faixa de condições operacionais estudada por Conceição Filho *et al.* (1997): a vazão e a concentração da suspensão foram mantidas em 15 mL/min e 405 g por litro de suspensão, respectivamente; a temperatura do ar de jorro em 42 $^{\circ}\text{C}$; a carga inicial de sementes em 2500 g e o tempo de processo em 20 minutos.

Os resultados mostraram que o aumento da vazão do ar de atomização causou aumento no rendimento, principalmente nos níveis mais baixos da vazão do ar de jorro. A vazão do ar de jorro, nos níveis mais altos da vazão do ar de atomização, causou uma diminuição no rendimento e as vazões do ar de jorro e da atomização causaram uma diminuição na germinação das sementes recobertas. Além disso, a umidade das sementes diminuiu ou manteve-se constante após os experimentos e a taxa de aumento de massa aumentou no início dos experimentos, mas em seguida atingiu um patamar de estabilidade.

O outro trabalho foi desenvolvido por Lucas *et al.* (2000), os quais recobriram sementes de soja utilizando-se uma suspensão constituída de micronutrientes e inoculante. As variáveis fixas utilizadas foram as mesmas do trabalho de Lucas *et al.* (1998), com exceção da temperatura do ar de jorro que ficou em 28 $^{\circ}\text{C}$ e do tempo de processo que foi de 10 minutos. Variou-se a vazão do ar de jorro entre 39 a 46,2 L/s; a vazão do ar de atomização entre 830 a 2170 L/h; e a vazão de suspensão entre 10 a 20 mL/min.

Concluiu-se que o aumento da vazão do ar de atomização leva a uma elevação no rendimento do processo e na espessura da camada de recobrimento e o rendimento decresce

quando se aumenta a vazão do ar de jorro. Além disso, os índices de germinação e vigor das sementes tendem a diminuir quando são aumentadas as vazões do ar de atomização e de jorro e, como no trabalho anterior, a taxa de aumento de massa aumenta no início do processo e em seguida atinge um patamar de estabilidade.

Almeida (2002) recobriu sementes de brócolos em leito de jorro e leito fluidizado com uma suspensão polimérica utilizando-se hidroxietilcelulose como cimentante. As condições operacionais utilizando-se leitos de jorro foram: temperatura de 50 a 70 °C, vazão da suspensão de 6 a 8 mL/min e pressão do ar de atomização de 15 a 25 psi. As condições em leitos fluidizados foram: temperatura ambiente, vazão de suspensão de 4,5 a 6,5 mL/min e pressão do ar de atomização de 15 a 25 psi.

Os resultados mostraram que as sementes de brócolos recobertas nos dois tipos de equipamentos, utilizando-se os valores das variáveis independentes propostos, em ensaios até 120 minutos de duração, preservaram o poder germinativo e o vigor das sementes. O comportamento do leito de jorro, no estudo realizado por Almeida (2002), bem como os valores dos parâmetros foram expressivamente influenciados pela presença da atomização do ar sobre o leito, que estabilizou a região de jorro. Por outro lado, a pressão do ar de atomização influenciou negativamente a germinação de sementes recobertas.

Durante o processo de recobrimento, a estabilidade do jorro foi maior nos níveis mais altos da temperatura de jorro e mais baixos para a pressão do ar de atomização e vazão de suspensão. Os ensaios mais eficientes foram realizados no menor nível de pressão de atomização, maior nível de vazão de suspensão e menor nível de temperatura do ar de jorro, ou menor nível de vazão de suspensão e maior nível de temperatura do ar de jorro.

3 DESCRIÇÃO DOS MATERIAIS E EQUIPAMENTOS UTILIZADOS

3.1 SEMENTES DE BRÓCOLOS

As sementes de brócolos (*Brassica Oleraceae*, variedade *italica*), foram adquiridas junto à SVS (Seminis Vegetable Seeds) do Brasil Sementes Ltda. Utilizaram-se dois lotes da cultivar de verão Ramoso Piracicaba, os quais foram embalados em sublotos dentro de sacos de polietileno, e armazenados em geladeira, à temperatura aproximada de 7 °C e umidade inicial de 5,75 e 5,86% (base úmida), para os respectivos lotes.

3.2 MATERIAIS DE REVESTIMENTO

A escolha dos principais materiais de revestimento baseou-se na literatura descritiva dos materiais utilizados na peletização de sementes, os quais se enquadram nas características desejáveis citadas no item 2.4.5. Desta forma, os critérios aqui utilizados para a escolha foram o baixo custo e a disponibilidade dos materiais.

Como materiais ligantes, foram utilizados fécula de mandioca (polvilho), recomendado por Seiffert e Miranda (1983) e argila bentonita, recomendado por Silva (1997). O polvilho da marca YOKI foi adquirido em comércio local e a argila bentonita natural do Brasil (cálcica) foi obtida de duas fontes procedentes de jazidas da Paraíba. A primeira, "bentonita escura", foi adquirida junto à Universidade da Paraíba; e a segunda, "bentonita clara", foi adquirida junto à empresa Comil Cover Sand Indústria e Comércio LTDA. A cor é uma característica específica de cada jazida.

Como material de enchimento, utilizou-se calcário, recomendado por Silva (1997), adquirido em comércio local sem especificação da procedência. Os reagentes fosfato de amônio monobásico e cloreto de potássio foram utilizados como suprimento de fósforo e potássio, de acordo com as recomendações feitas por Makishima (1993) para plantações de brócolos e por Conceição Filho *et al.* (1998) para revestimento de sementes de soja.

Os outros materiais, largamente utilizados em revestimentos, típicos da indústria farmacêutica como materiais complementares para fornecer formulações com propriedades desejadas, foram os seguintes: talco neutro como agente de separação e alisamento;

polietileno glicol 6000 como agente plastificante; estearato de magnésio como agente tensoativo; e dióxido de titânio como agente opacificante.

3.3 EQUIPAMENTO EXPERIMENTAL

3.3.1 LEITO DE JORRO CÔNICO

O leito de jorro utilizado nos experimentos é do tipo convencional, cônico cilíndrico, no entanto todos os ensaios experimentais foram realizados na parte cônica, o que justifica o título da tese. O leito foi construído em acrílico para permitir a visualização das partículas durante o processo. As dimensões são mostradas na Figura 3.1.

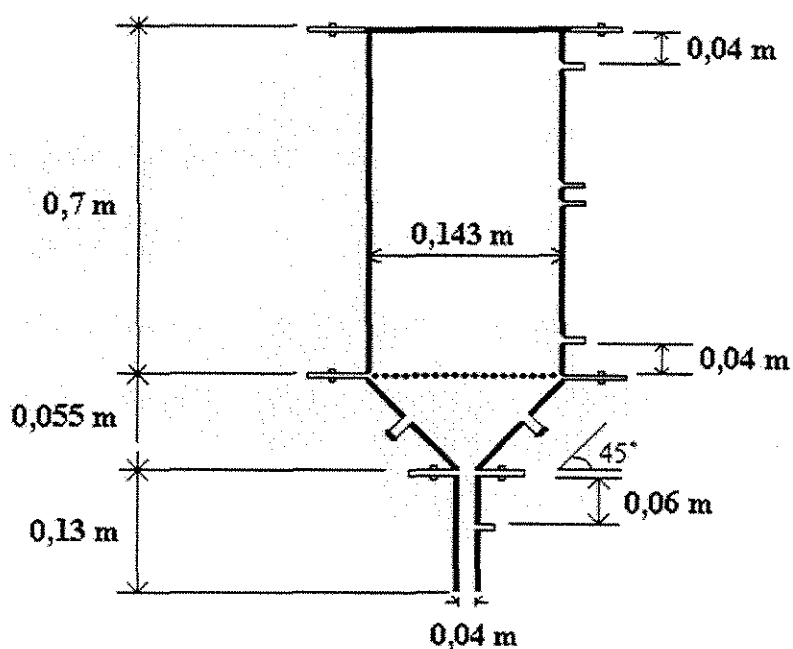


Figura 3.1 - Dimensões do leito de jorro convencional.

3.3.2 MEDIÇÃO DA VAZÃO DE AR

3.3.2.1 VAZÃO DO AR DE JORRO

A vazão do ar de jorro foi fornecida por um soprador de 7,5 cv, com deslocamento de 8 m³/min e pressão máxima de 370 cmH₂O. Uma tubulação de aço galvanizado de duas polegadas de diâmetro interno foi utilizada para o transporte do ar até o leito. Um sistema de arrefecimento foi acoplado à tubulação para manter o ar à temperatura ambiente. O ajuste da vazão de ar foi realizado por uma válvula globo de duas polegadas de diâmetro.

As medidas de vazão foram obtidas através de um medidor de placa de orifício de 12,7 mm de diâmetro interno. As tomadas de pressão diferencial foram instaladas nos cantos da placa, uma à jusante e outra à montante, sendo que a leitura foi feita por um manômetro tipo tubo em U. A calibração da placa de orifício permitiu a obtenção da vazão do ar em função da queda de pressão na placa. O procedimento para a calibração (Ower e Pankhurst, 1977) resultou na seguinte equação:

$$W_g = 1,235 \frac{(\Delta h_p)^{1/2}}{(273 + T_e)^{1/2}} - 0,383 \frac{(\Delta h_p)^{3/2}}{(P_1 + 1000)(273 + T_e)^{1/2}} \quad (3.1)$$

em que: W_g é a vazão mássica do ar de jorro (kg/min);
 Δh_p é a queda de pressão na placa de orifício (cmH₂O);
 T_e é a temperatura do ar de entrada (°C) e
 P_1 é a pressão estática na linha de ar (cmH₂O).

3.3.2.2 VAZÃO DO AR DE ATOMIZAÇÃO

O ar de atomização foi fornecido por um compressor de 1,5 cv, com pressão máxima de 180 psi. O ajuste da vazão foi feito por uma válvula globo de meia polegada de diâmetro e as medidas foram obtidas através de um rotâmetro da marca OMEL (Figura 3.2).

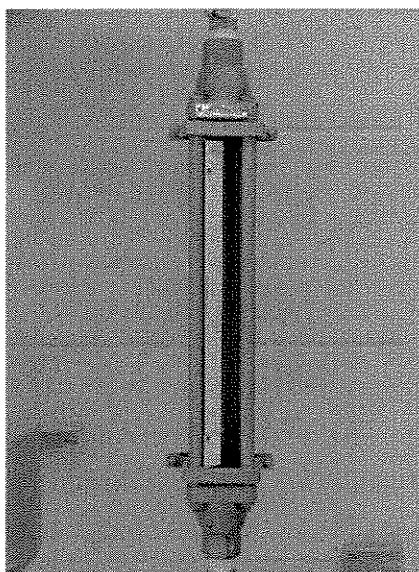


Figura 3.2 - Foto do rotâmetro utilizado para a medição da vazão do ar de atomização.

O rotâmetro utilizado é um tubo em forma troncônica contendo em seu interior um flutuador de formato cônico, pelo qual passa o fluxo gasoso. O flutuador é suspenso pela passagem do fluxo, e sua posição relativa à escala gravada no cilindro fornece a vazão.

Na posição de equilíbrio, o flutuador tem seu peso equilibrado pela força causada pela passagem do fluxo gasoso. Para fluidos gasosos, uma ampla faixa de vazões pode ser medida com rotâmetros com exatidão de 2% do valor indicado (Campos e de Campos, 1999).

3.3.3 MEDIÇÃO DA VAZÃO DE SUSPENSÃO

A medida da vazão dos materiais de peletização em suspensão aquosa, foi realizada por meio de uma bomba peristáltica, modelo Masterflex L/S 7523-20, a qual pode operar a uma faixa de vazão de 0,6 a 2300 mL/min. A Figura 3.3 apresenta uma foto ilustrativa da bomba peristáltica utilizada.

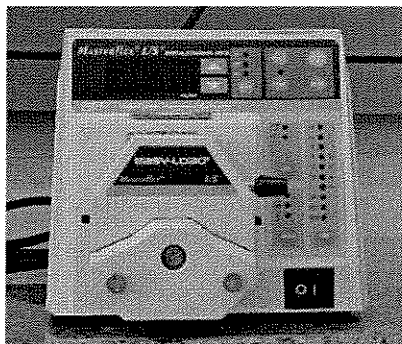


Figura 3.3 - Foto da bomba peristáltica utilizada nos experimentos.

3.3.4 CONJUNTO DE ATOMIZAÇÃO

Um bico atomizador de duplo fluido, modelo JBC, foi adquirido junto à Spraying Systems do Brasil. O conjunto de atomização utilizado é composto por uma capa de ar, uma capa de fluido e pelo corpo do bico atomizador, como mostra a Figura 3.4.

O modelo adquirido compõe-se do conjunto SU12 (capa de fluido modelo 2850 e capa de ar modelo 73160-ENP). O líquido e o gás neste conjunto são misturados internamente para produzir um jato atomizado.

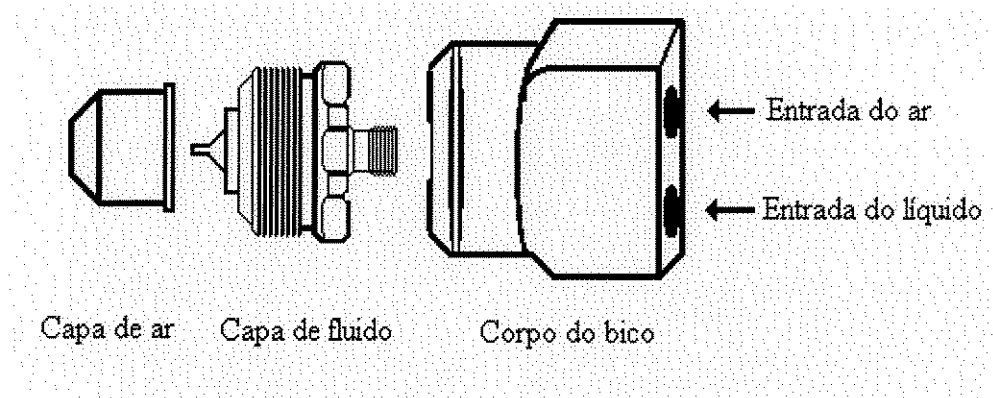


Figura 3.4 - Esquema do conjunto de pulverização.

Outras três capas de ar de mistura interna, modelos 1401110, 73160-SS e 67147-SS, e uma de mistura externa, modelo 70, foram adquiridas para substituir as capas desgastadas durante o processo. A Tabela 3.1 apresenta os valores dos diâmetros dos orifícios da capa de fluido e das capas de ar fornecidos pelo fabricante.

Tabela 3.1 – Diâmetros dos orifícios das capas de fluido e de ar.

Conjunto de Pulverização		Diâmetro do orifício
Componente	Modelo	(mm)
Capa de fluido	2850	0,71
	1401110	3,56
	73160 - ENP	1,85
Capas de ar	73160 - SS	1,85
	67147 – SS	1,70
	70	1,78

Todas as capas de ar de mistura interna apresentaram bons desempenhos, com grau de dificuldade aumentado em capas com diâmetros de orifício menores. O modelo 1401110 foi o único que não sofreu desgaste por apresentar uma abertura do orifício suficientemente grande para evitar as abrasões, por isto foi utilizado nos ensaios principais.

A Figura 3.5 apresenta as fotos ilustrativas de quatro capas de ar utilizadas. Pode-se observar os desgastes sofridos pelas capas de ar modelos 73160 – ENP (Fig 3.5a), 73160 – SS (Fig. 3.5c) e 67147 – SS (Fig. 3.5d), provocados pela atomização das suspensões de peletização.

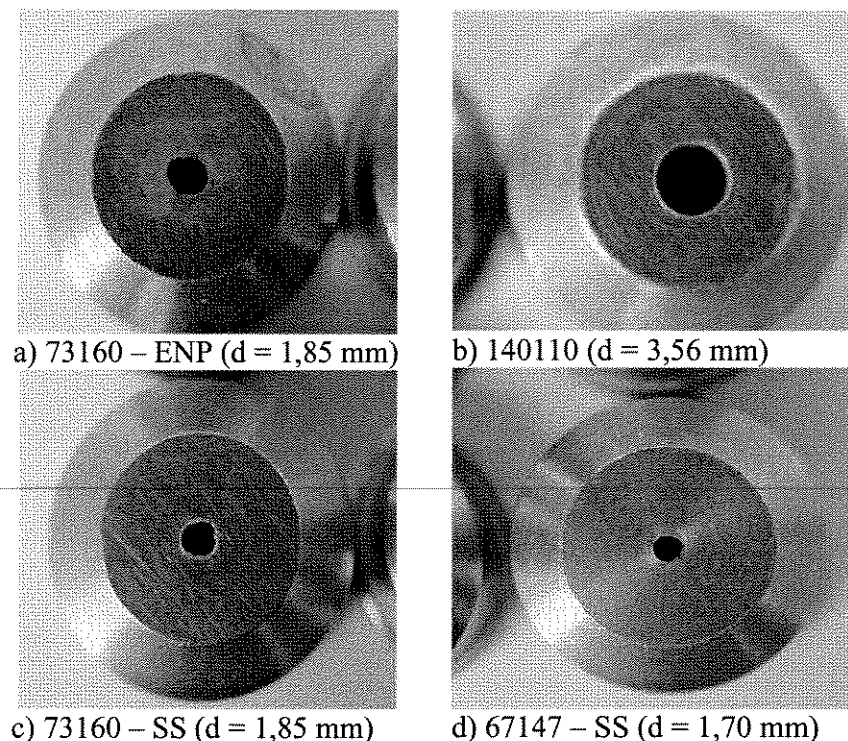


Figura 3.5 – Capas de ar do conjunto de atomização, utilizadas no processo de peletização de sementes de brócolos.

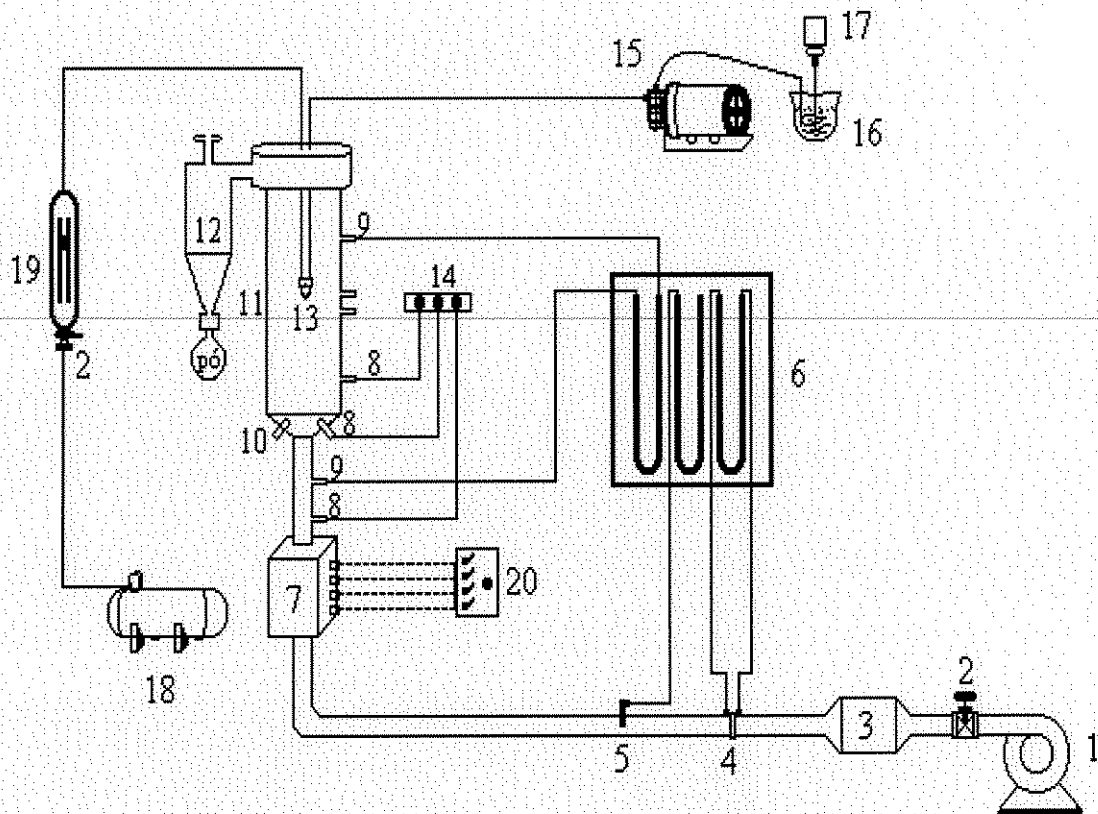
Além do poder abrasivo dos materiais de peletização, freqüentemente ocorriam desvios do leque de pulverização, provocados pela incrustação desses materiais interna ou externamente ao orifício das capas de ar. Este foi o motivo do mau desempenho da capa de ar modelo 70, ocorrendo desvios com muito mais freqüência e mais acentuados que as demais capas.

3.4 MONTAGEM EXPERIMENTAL

A montagem experimental, esquematizada na Figura 3.6, consiste de um leito de jorro convencional em acrílico, ligado a um soprador por uma tubulação de duas polegadas de diâmetro. Estão conectados à linha de ar: uma válvula gaveta para regulagem da vazão, um sistema de resfriamento, um medidor de placa de orifício para as medidas de vazão de ar e uma caixa de aquecimento elétrico, composto por quatro resistências.

Manômetros tipo tubos em U foram instalados para a leitura da queda de pressão no leito e na placa de orifício, bem como da pressão estática na linha. Acoplado ao leito, está um ciclone Lapple, construído em aço inox para coletar as partículas elutriadas na

saída do leito. Os péletes produzidos foram retirados através de um ponto de coleta localizado na parte cônica do leito.



LEGENDA

- | | |
|--|-----------------------------------|
| 1 - Soprador | 11 - Leito de jorro convencional |
| 2 - Válvulas | 12 - Ciclone Lapple |
| 3 - Resfriador de ar | 13 - Bico atomizador |
| 4 - Placa de orifício | 14 - Chave seletora de termopares |
| 5 - Tomada de pressão (pressão na linha) | 15 - Bomba peristáltica |
| 6 - Manômetros | 16 - Tanque de suspensão |
| 7 - Aquecedor elétrico | 17 - Agitador |
| 8 - Tomada de temperatura | 18 - Compressor |
| 9 - Tomada de pressão (entrada do leito) | 19 - Rotâmetro |
| 10 - Coletor de amostras | 20 - Variador de voltagem |

Figura 3.6 – Esquema do sistema experimental.

O sistema de atomização consiste de um bico atomizador acoplado ao leito para aplicação da suspensão de peletização. Ao bico, foram conectadas uma linha de ar comprimido e a linha da suspensão de peletização. A vazão do ar de atomização foi medida por um rotâmetro acoplado à linha do ar comprimido e a suspensão, homogeneizada por um agitador, foi transportada até o bico por meio de uma bomba peristáltica que mede e controla a vazão.

Para as medidas de temperatura, três termopares, localizados na entrada, no cone e no cilindro do leito, estão ligados a uma chave seletora de termopares da marca IOPE, modelo SP-G22 C8, com 8 entradas, cuja seleção do canal ativo é feita de forma digital. Os três termopares foram calibrados utilizando-se um banho termostático, cujos valores indicados no mostrador digital da caixa seletora, corresponderam exatamente às temperaturas indicadas por um termômetro de precisão com intervalo de escala de 0,1 °C e exatidão de $\pm 0,03$ °C.

O controle da potência do aquecedor, no sistema de resistências elétricas, é feito por um variador de voltagem, da marca Variac, que fornece uma tensão de saída de 0 a 240 volts e potência máxima de 1,8 kw.

4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

4.1 DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E QUALITATIVAS DAS SEMENTES DE BRÓCOLOS

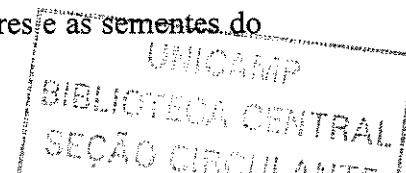
Para efeitos comparativos, algumas propriedades físicas das sementes de brócolos foram determinadas. Algumas características, tais como, porosidade e massa específica são úteis tanto para comparações, quanto para fornecer dados adicionais para a armazenagem das sementes e dos péletes formados. As distribuições de tamanho e de massa foram também obtidas para verificar a reprodutibilidade e uniformidade dos péletes, de acordo com Pavarini e Coury (1987) e Oliveira (1992).

As propriedades físicas e qualitativas dos lotes, úteis ao desenvolvimento deste trabalho, estão apresentadas na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Características físicas e qualitativas das sementes de brócolos.

Características		Lote A	Lote B
Físicas	\bar{d}_p - diâmetro médio de Sauter (m)	$1,76 \cdot 10^{-3}$	$1,79 \cdot 10^{-3}$
	ϕ - esfericidade (-)	0,70	0,78
	ε_p - porosidade das partículas (%)	8,27	8,27
	ε_L - porosidade do leito de partículas (%)	38,96	38,96
	ρ_{TP} - massa específica real das partículas (kg/m^3)	1218,00	1218,00
	ρ_{ap} - massa específica aparente das partículas (kg/m^3)	1117,27	1117,27
	ρ_{bL} - massa específica "bulk" do leito (kg/m^3)	682,00	682,00
Qualitativas	G_i - Germinação normal inicial (%)	93,63	87,80
	V_i - Vigor inicial (%)	86,25	86,80
	PA_i - Número inicial de plântulas anormais (%)	3,88	2,70
	M_i - Número inicial de sementes mortas (%)	2,50	9,50
	$U_{i,bu}$ - Teor de umidade inicial - base úmida (%)	5,75	5,86

As sementes do lote A foram utilizadas nos ensaios preliminares e as sementes do lote B foram utilizadas nos experimentos principais de peletização.



4.1.1 DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO

As sementes de brócolos do lote B foram classificadas de acordo com a sua granulometria com o auxílio de peneiras do tipo Tyler de 2,00; 1,68; 1,41; 1,19; e 1,00 mm (respectivamente, 9, 10, 12, 14 e 16 Mesh). A separação foi realizada por meio de um vibrador mecânico durante 20 minutos. A distribuição granulométrica encontra-se na Figura 4.1.

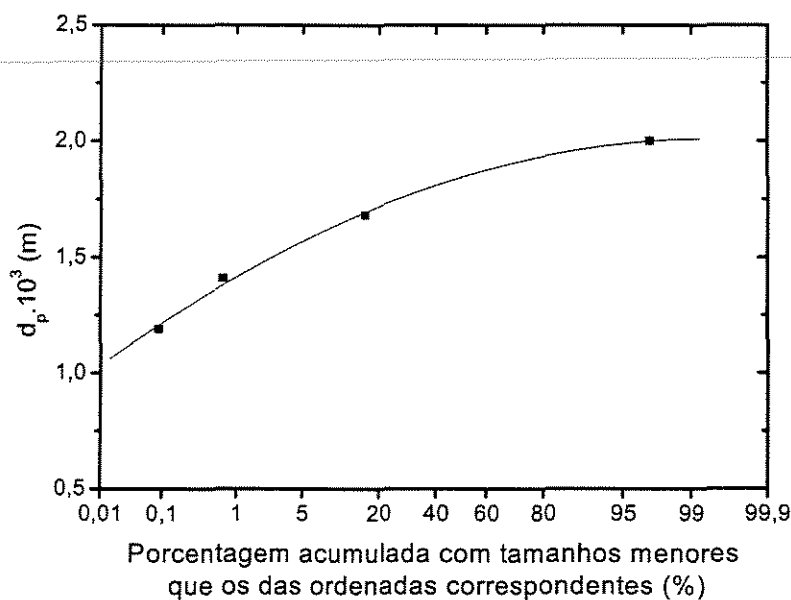


Figura 4.1 - Distribuição granulométrica das sementes de brócolos.

O diâmetro médio de Sauter foi obtido através da seguinte expressão:

$$\bar{d}_p = \left(\sum \frac{X_i}{d_i} \right)^{-1} \quad (4.1)$$

4.1.2 DISTRIBUIÇÃO DE MASSA

Os pesos individuais de 150 sementes, retiradas aleatoriamente do lote B, foram obtidos em balança analítica permitindo a análise da distribuição dos pesos mostrada na Figura 4.2. A massa média foi de 5,50 mg com desvio padrão de 1,37 mg.

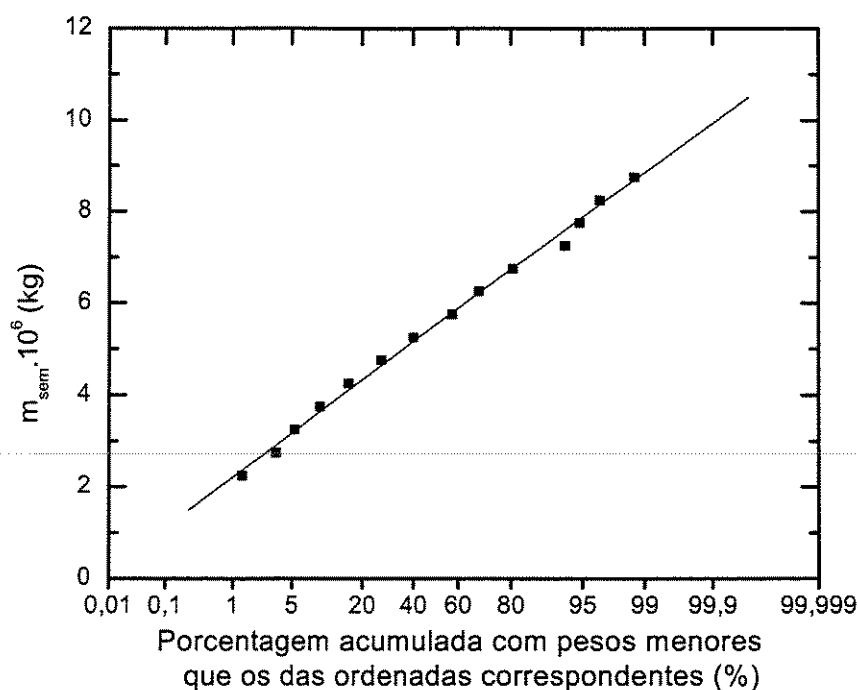


Figura 4.2 - Distribuição mássica das sementes de brócolos.

4.1.3 ESFERICIDADE

A esfericidade é uma medida importante para determinar a qualidade dos péletes. Em alguns casos, exige-se que as sementes peletizadas apresentem alto grau de esfericidade, principalmente para utilização em semeadoras de precisão. Desta forma, determinou-se a esfericidade das sementes de brócolos antes e depois do processo de peletização.

O método utilizado para as medidas de esfericidade foi empregado, assumindo que o volume das sementes é equivalente ao volume de um elipsóide triaxial e que o diâmetro da esfera circunscrita é igual ao maior eixo do elipsóide (Figura 4.3). De acordo com Mohsenin (1970), o grau de esfericidade é calculado através da média geométrica dos três eixos mutuamente perpendiculares do sólido pelo maior eixo, como segue:

$$\phi = \frac{\sqrt[3]{d_1 \cdot d_2 \cdot d_3}}{d_3} \quad (4.2)$$

Para a determinação de d_1 , d_2 e d_3 , foram utilizadas amostras contendo 15 péletes por ensaio experimental. Com o auxílio de um paquímetro, mediu-se individualmente, em três dimensões ortogonais, as sementes peletizadas e despeletizadas, sendo que o recobrimento foi removido com uma espátula. Por observação visual, constatou-se que as sementes de brócolos apresentam formato aproximado de um elipsóide triaxial.

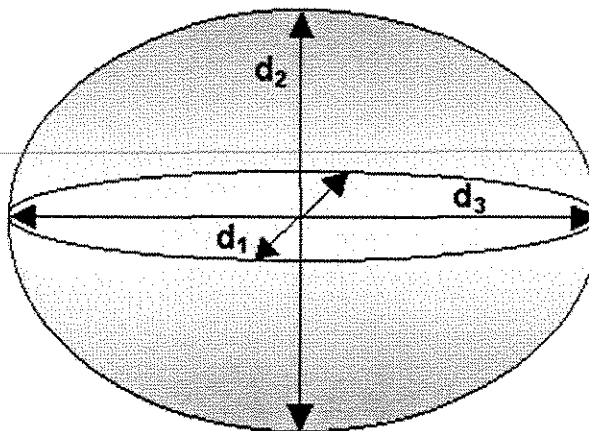


Figura 4.3 - Esquema de um elipsóide triaxial e seus eixos principais.

4.1.4 MASSA ESPECÍFICA

A medida da massa específica real das sementes (ρ_{rp}), também realizada no DTF/FEQ/UNICAMP, foi feita através do método do picnômetro a gás - Micromeritics Accu Pyc 1330. A massa específica absoluta, também denominada de massa específica real, exclui tanto os poros das partículas quanto os espaços interpartículas. O princípio de funcionamento e os detalhes sobre a análise realizada no picnômetro, encontram-se no Anexo A.

A massa específica “bulk” do leito (ρ_{bL}), que inclui os poros e os espaços interpartículas foi determinada pela medida do volume em proveta ocupado por uma determinada massa de sementes.

A massa específica aparente (ρ_{ap}), que inclui os poros mas exclui os espaços interpartículas, foi obtida utilizando-se a massa específica real e a porosidade das sementes através da seguinte relação (Mohsenim, 1986):

$$\varepsilon_p = 1 - \frac{\rho_{ap}}{\rho_{rp}} \quad (4.3)$$

A massa específica aparente é um dado de suma importância no dimensionamento de silos, secadores e transportadores. Na prática, não é recomendada a aplicação da massa específica real, exceto nos casos em que o esmagamento dos grãos é necessário para que o produto ocupe o espaço intergranular (Puzzi, 1986). Importante também é a massa específica “bulk” que é utilizada no dimensionamento de embalagens de armazenamento e de transporte.

4.1.5 POROSIDADE

A análise da porosidade das sementes foi realizada no Departamento de Termofluidodinâmica da Faculdade de Engenharia Química da UNICAMP (DTF/FEQ/UNICAMP), através do Porosímetro de Mercúrio - Micromeritics AutoPore III. O princípio de funcionamento e os detalhes sobre a análise realizada no porosímetro encontram-se no Anexo A.

A porosidade do leito de sementes foi obtida utilizando-se a massa específica aparente e a massa específica “bulk” do leito, através da seguinte equação:

$$\varepsilon_L = 1 - \frac{\rho_{bL}}{\rho_{ap}} \quad (4.4)$$

4.1.6 DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES QUALITATIVAS

Para avaliar o desempenho das sementes peletizadas, realizou-se os testes de germinação e vigor nas sementes nuas (“in naura”) e processadas. Estes testes foram realizados no Laboratório de Tecnologia Pós-Colheita da Faculdade de Engenharia Agrícola da UNICAMP. As metodologias empregadas são descritas nos itens seguintes.

4.1.6.1 GERMINAÇÃO

O percentual de germinação foi determinado de acordo com as Regras para Análise de Sementes do Ministério da Agricultura (Brasil, 1992). Para cada amostra, foram

contadas 400 sementes em repetições de 4 de 100, colocadas sobre um substrato em caixas de plástico (gerbox), incolores e transparentes, com espaçamento uniforme.

O substrato utilizado, papel toalha “germitest” (28 X 38 cm), foi embebido com água destilada, o equivalente a 2,5 vezes sua massa. Em seguida as sementes foram colocadas em germinador tipo câmara a 20 °C durante 16 horas no período noturno e a 30 °C durante 8 horas no período diurno. As Figuras 4.4a e 4.4b apresentam as fotos ilustrativas do germinador utilizado e a disposição das caixas “gerbox” dentro do mesmo.



a) Frontal

b) Interior

Figura 4.4 - Fotos do germinador.

A primeira contagem das plântulas foi feita no quinto dia e a contagem final no décimo dia. Para a determinação do percentual de sementes germinadas, foram contadas todas aquelas que apresentaram desenvolvimento de plântulas normais ou mesmo pequenos defeitos em suas estruturas, desde que mostrassem um desenvolvimento satisfatório, com todas as estruturas essenciais presentes.

Foram registradas também, as plântulas anormais, ou seja, plântulas danificadas, deformadas ou deterioradas. Por último, foram contadas as sementes não germinadas, que incluem sementes duras, dormentes ou mortas.

4.1.6.2 VIGOR

O vigor é um componente importante da qualidade das sementes, pois é a resultante da diferença entre a germinação de um lote de sementes e a eficiência no campo.

envelhecimento acelerado e condutividade elétrica, apresentam potencial para identificar diferenças de vigor entre os lotes das sementes de brócolos (item 2.1.5).

Assim sendo, para o presente trabalho, foi utilizado o próprio teste de germinação, sendo que rigorosamente foram consideradas normais apenas as plântulas contadas na primeira contagem (quinto dia) e que estiveram com suas estruturas essenciais presentes e desenvolvidas. A metodologia está de acordo com as Regras para Análise de Sementes do Ministério da Agricultura (Brasil, 1992).

4.1.7 TEOR DE UMIDADE

O teor de umidade, conforme descrito no item 2.4.6, está relacionado à conservação, pois interfere na qualidade de sementes. Para a determinação do teor de umidade das sementes de brócolos, foram utilizadas uma balança analítica com precisão de quatro casas decimais e uma estufa regulada a 105 °C, conforme as Regras para Análise de Sementes (Brasil, 1992).

O procedimento foi realizado colocando-se 4 amostras com 5 gramas em cada cadinho, permanecendo 24 h na estufa. A média dos resultados do teor de umidade foi expressa em percentagem com base no peso úmido das amostras (bu), utilizando-se Equação 2.2 (item 2.4.6.1).

4.2 ENSAIOS PRELIMINARES

4.2.1 ENSAIOS DA FLUIDODINÂMICA DO LEITO

O método de operação nos ensaios fluidodinâmicos iniciou-se com a introdução de uma determinada carga de sementes e a posterior injeção de ar pelo orifício de entrada do leito. Em seguida, aumentava-se gradativamente a vazão, anotando-se em cada nível de aumento o valor correspondente às quedas de pressão estática na linha, na placa de orifício e na entrada e saída do leito.

Para a determinação da vazão do ar de jorro mínimo, queda de pressão máxima e queda de pressão de jorro, obteve-se a curva característica dos leitos de jorro através do gráfico da queda de pressão em função da vazão de ar. Foram computados também os

dados de queda de pressão no leito em função da vazão de ar para os leitos vazios objetivando a correção da curva obtida em leitos carregados com as sementes.

A altura máxima de jorro estável de sementes também foi obtida num procedimento pragmático, aumentando-se a carga de sementes em um único ensaio até que o jorro apresentasse instabilidade crescente ou zonas mortas na região anular.

4.2.2 ENSAIOS DE DANOS MECÂNICOS E FISIOLÓGICOS

Os danos mecânicos nas sementes são provocados por agentes físicos ou mecânicos que ocorrem durante o jorro das sementes, os quais são resultados do atrito entre partículas e dos impactos e abrasões nas paredes do leito.

O teste de danos mecânicos foi realizado para avaliar o desempenho do leito de jorro em relação às mortes e quedas do vigor e da germinação das sementes após o processo de jorro sem a atomização das suspensões. Este teste serviu também como parâmetro de referência para a comparação e avaliação do desempenho dos materiais de revestimento após os ensaios de peletização.

4.2.2.1 METODOLOGIA PARA O TESTE DE DANOS MECÂNICOS NAS SEMENTES

Os testes foram realizados pelo corpo técnico do Laboratório de Tecnologia Pós-Colheita da Faculdade de Engenharia Agrícola da UNICAMP. Amostras contendo 100 sementes, coletadas após cada corrida experimental, incluindo 2 amostras testemunhas não jorradadas, contendo a mesma quantidade, foram encaminhadas ao laboratório, procedendo-se a metodologia de preparação e efetivação do teste.

Cada amostra foi subdividida em 50 sementes, conforme indicado por França Neto (1988). Posteriormente, as sementes foram pré-condicionadas em água destilada durante 24 horas para o amolecimento. Em seguida, foram seccionadas longitudinalmente e colocadas em béqueres, sendo totalmente submersas numa solução de tetrazólio (1%), permanecendo assim a 40 °C por aproximadamente 180 minutos, no escuro (Lakon, 1949).

Após esse período, as sementes adquiriram uma coloração vermelha e foram retiradas da solução de tetrazólio para lavagem com água comum. Por fim, a avaliação dos danos foi iniciada com as sementes submersas em água.

A viabilidade foi estimada com base na alteração da coloração dos tecidos vivos em presença da solução do sal de tetrazólio. As abrasões foram identificadas pela presença de lesões de coloração vermelho escura, caso fossem recentes, ou por lesões brancas com tecidos flácidos, caso não fossem recentes (França Neto, 1988).

4.2.2.2 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Devido à limitada quantidade disponível de sementes, foram estabelecidas amostras com 400 g de sementes do lote A na elaboração de um planejamento fatorial completo e em duplicata 2³, com o auxílio do software “STATISTICA for Windows” (StatSoft, Inc., 1984-2003).

Testes iniciais demonstraram que em curtos períodos de jorro, as sementes jorradadas a 70 °C preservaram sua qualidade. Baseando-se nesta constatação, foi definida a faixa de valores das variáveis estudadas, considerando que o processo de granulação pode requerer longos períodos de jorro, altas vazões de ar de jorro e uma ampla faixa de temperatura para produzir péletes com tamanhos desejados.

A Tabela 4.2 apresenta os valores correspondentes aos três fatores nos níveis estudados.

Tabela 4.2 – Valores das variáveis independentes em seus níveis correspondentes utilizados nos ensaios de danos mecânicos.

Variáveis	Níveis	
	-1	+1
(t_j) – Tempo de jorro (h)	1,5	3,0
(W_g/W_{jm}) – Vazão relativa à vazão de jorro mínimo (-)	2,0	3,0
(T_e) - Temperatura de entrada do ar (°C)	40,0	70,0

A codificação das variáveis independentes, inerente ao planejamento, foi feita subtraindo-se os valores dos fatores pelo valor médio entre os dois níveis, e dividindo-se o resultado pela metade da diferença entre o valor superior e o valor inferior:

$$X_t = (t_j - 2,25) / 0,75 = \text{Tempo de jorro codificado};$$

$$Y_T = (T_e - 55) / 15 = \text{Temperatura do ar de entrada codificada e}$$

$$Z_w = \left(\frac{W_g}{W_{jm}} - 2,5 \right) / 0,5 = \text{Vazão relativa à vazão de jorro mínimo codificada.}$$

A Tabela 4.3 mostra a matriz de planejamento dos ensaios realizados.

Tabela 4.3 – Matriz de planejamento dos ensaios de danos mecânicos.

Ensaio	Ordem de realização dos ensaios	Variáveis independentes		
		t_j	W_g/W_{jm}	T_e
1	11	-1	-1	-1
2	5	-1	-1	1
3	3	-1	1	-1
4	1	-1	1	1
5	4	1	-1	-1
6	6	1	-1	1
7	2	1	1	-1
8	13	1	1	1
9	10	-1	-1	-1
10	7	-1	-1	1
11	15	-1	1	-1
12	14	-1	1	1
13	16	1	-1	-1
14	9	1	-1	1
15	8	1	1	-1
16	12	1	1	1

4.2.3 ENSAIOS PARA VERIFICAR O EFEITO DO TAMANHO INICIAL SOBRE A CAPACIDADE DE GERMINAÇÃO DAS SEMENTES

Com o objetivo de se estudar a influência do tamanho das sementes sobre a qualidade fisiológica, pesou-se um sublote de 300g de sementes do lote B, o qual foi submetido à classificação por tamanho, conforme descrito no item 4.1.1. Outro sublote de 50 g foi utilizado como testemunha. De cada uma das frações obtidas nas peneiras, retirou-se amostras para os testes de germinação conduzidos de acordo com o item 4.1.6.

4.2.4 ENSAIOS DE PELETIZAÇÃO

Os ensaios preliminares de peletização foram realizados com o objetivo de se desenvolver uma metodologia a ser empregada na análise do processo, estabelecendo faixas de valores de variáveis operacionais para permitir procedimentos estáveis. Para tanto, o

procedimento básico de rotina consistiu em ajustar uma vazão de ar de jorro a uma determinada temperatura, bem como uma vazão de ar que era comprimida ao bico atomizador localizado a uma certa altura da superfície do leito de partículas, de tal maneira a evitar perdas por aderência de sementes ao bico.

Com a alimentação da suspensão em vazões controladas pela bomba peristáltica, dava-se início ao processo, cronometrando-se o tempo de atomização e o tempo global. Fenômenos observáveis eram então examinados e registrados, tais como, movimentação das partículas, regimes de jorro, principalmente alterações na fonte, umedecimento excessivo, aderências, entupimentos, desvios no leque de atomização, intermitências, estrangulamentos do jorro, formação de aglomerados, etc. Uma vez que o objetivo era aumentar consideravelmente o tamanho das partículas, as amostras eram apenas avaliadas ao final de cada ensaio.

Na maioria dos ensaios, a vazão do ar de jorro foi aumentada paralelamente ao crescimento dos péletes para manter a estabilidade. O critério para este aumento foi baseado apenas nas observações visuais de instabilidade do jorro e não seguiu nenhum procedimento específico. Estes ensaios preliminares, entretanto, permitiram estabelecer um valor inicial para a vazão do ar de jorro em 1,8 vezes a vazão do ar de jorro mínimo. Vazões inferiores a este valor não asseguravam a estabilidade do jorro durante os instantes iniciais de pulverização das suspensões de peletização. Como se verá no item 4.3.3.3, o aumento da vazão do ar de jorro foi considerado como uma resposta de interesse para o planejamento dos experimentos de peletização.

Para a vazão de suspensão de recobrimento, foi estabelecida uma faixa operacional entre 4 a 8 mL/min. Vazões entre 1 a 3 mL/min favoreceram os desvios do leque de pulverização e resultaram em processos demorados para um crescimento evidente das sementes peletizadas. Por outro lado, operando em vazões acima de 8 mL/min, a maioria dos ensaios apresentou grande umedecimento das partículas, tornando dificultoso o processo com formação de grandes aglomerados indesejáveis.

A altura do bico atomizador em relação à superfície das sementes também foi aqui estabelecida em torno de 12 cm. Alturas inferiores provocavam a aderência das sementes no corpo do bico podendo inclusive causar aglomeração no próprio bico na iminência de

precipitar-se sobre o leito de sementes, causando a formação de grandes aglomerados. Alturas superiores a 12 cm favoreceram a aderência dos materiais pulverizados nas paredes do leito. Na maioria dos casos, a altura inicial precisou ser aumentada proporcionalmente ao aumento de volume do leito de partículas provocado pelo crescimento dos péletes.

A carga de sementes foi estabelecida em 100 gramas, correspondendo a uma altura do leito estático de 5,5 cm, fixada na parte cônica do leito. A escolha foi baseada na estabilidade do jorro sem e com a atomização das suspensões, e também na economia de tempo e de sementes, dadas às dificuldades de obtenção. Cargas abaixo de 100 g não apresentavam todas as regiões de jorro bem definidas e acima deste valor, apesar de jorrarem de maneira estável até a altura máxima, apresentavam tempos muito longos de operação para produzir péletes nos tamanhos desejados. A faixa estudada nos ensaios preliminares de peletização foi de 50 a 1000 g de sementes.

4.2.4.1 ENSAIOS PARA O ESTABELECIMENTO DA VAZÃO DO AR DE ATOMIZAÇÃO

Observou-se nos ensaios preliminares de peletização uma característica incomum ao regime de jorro, realizando-se o seguinte procedimento: para uma determinada carga de sementes, utilizando-se uma determinada capa de ar no bico atomizador (ver item 3.3.4), a uma vazão do ar de jorro de $1,8 W_{jm}$ e com um posicionamento do bico atomizador localizado a 12 cm acima da superfície do leito de partículas, aumentava-se gradativamente a vazão do ar de atomização e registravam-se as modificações que ocorriam na região da fonte. A Tabela 4.4 apresenta o registro das observações feitas com 100 g de sementes.

A atomização de várias formulações das suspensões de peletização foi feita para cada um dos regimes apresentados na Tabela 4.4. O regime que melhor favoreceu o processo de peletização foi o de fonte aberta, já que as vazões de atomização nos regimes de fonte normal e fonte achatada favoreceram a elutriação, o entupimento e os desvios dos leques de pulverização, e as vazões nos regimes de fonte mista e fonte fechada eram muito altas, favorecendo a aderência dos materiais de peletização nas paredes do leito na região anular; aderência das sementes no bico devido à intensa movimentação das partículas; causando a formação de zonas mortas na região anular devido à captura das sementes pelos materiais aderidos às paredes.

Tabela 4.4 – Alterações da região da fonte durante o processo de peletização de 100 g de sementes.

Capa de ar	Vazão do ar de atomização (m ³ /h)				
	Alterações na região da fonte				
	Fonte normal desenvolvida	Fonte achatada	Fonte aberta	Fonte mista	Fonte fechada
1401110	até 1,0	1,1 – 2,0	2,1 – 2,3	2,4	≥ 2,5
73160-ENP	até 0,6	0,6 – 1,0	1,0 – 1,3	1,4 – 1,5	≥ 1,6
73160-SS	até 0,6	0,6 – 1,0	1,0 – 1,3	1,4 – 1,5	≥ 1,3
67147-SS	até 0,3	0,3 – 0,6	0,7 – 0,8	0,9	≥ 1,0
70	até 0,4	0,5 – 0,7	0,8 – 1,0	1,1 – 1,3	≥ 1,4

4.2.4.2 ENSAIOS DE PREPARAÇÃO E ESCOLHA DA SUSPENSÃO DE PELETIZAÇÃO

Nestes ensaios, cada suspensão elaborada foi utilizada para observação dos fenômenos envolvidos na peletização e para estabelecer faixas de condições adequadas para o processo, tais como parâmetros fluidodinâmicos, carga inicial, parâmetros de atomização, posição do bico atomizador, tempo de operação, entre outros, levando-se em conta principalmente a estabilidade do jorro, o entupimento do bico atomizador, o umedecimento das sementes durante o processo, conseqüentemente a continuidade do processo, a formação de aglomerados indesejáveis e a qualidade dos péletes formados, tanto em termos físicos quanto qualitativos.

Devido à escassez de informações sobre suspensões para peletização de sementes, as primeiras formulações testadas tiveram como base os principais parâmetros utilizados pela indústria farmacêutica que utiliza suspensões aquosas poliméricas nos revestimentos de comprimidos. Entretanto, utilizou-se o polvilho em substituição aos polímeros usuais, por apresentar baixo custo e grande disponibilidade (ver item 3.2).

O procedimento de preparação das formulações poliméricas consiste na dissolução do polvilho em metade da massa total do solvente, sob agitação contínua, durante 30 minutos na temperatura de polimerização de 64 °C (temperatura determinada experimentalmente). Em seguida, após o resfriamento, transfere-se a solução para um

moinho coloidal e por último, são adicionados gradativamente os outros componentes e o restante do solvente durante um intervalo de uma hora.

Este procedimento permite reduzir a granulometria das partículas a um valor inferior a 15 μm , produzindo uma suspensão final uniforme e homogênea, sendo portanto essencial ao processo para evitar ou atenuar os entupimentos no bico atomizador.

A Tabela 4.5 apresenta as formulações com polvilho.

Tabela 4.5 - Formulações com polvilho utilizadas nos ensaios preliminares.

SUBSTÂNCIAS		FORMULAÇÕES (%)					
Função	Componente	1	2	3	4	5	6
Solvente	Água	83,00	82,85	80,70	82,05	82,50	85,50
Ligante	Polvilho	3,33	1,85	2,50	2,50	2,50	2,50
Enchimento	Talco	1,49	1,40	6,00	-	6,00	4,00
	CaCO ₃	1,49	0,95	6,00	12,00	6,00	8,00
Macro	NH ₄ H ₂ PO ₄	3,44	4,60	-	-	-	-
Nutrientes	KCl	3,44	4,60	-	-	-	-
Tensoativo	Estearato de Magnésio	1,33	0,95	0,95	0,95	1,00	1,00
Plastificante	PEG 6000	1,00	0,95	2,00	2,00	1,50	1,50
Opacificante	Dióxido de Titânio	1,49	1,85	1,85	0,50	0,50	0,50
Concentração de sólidos (%)		17,00	17,15	19,30	17,95	17,50	17,50

A segunda opção, formulações com argila bentonita, incluindo uma suspensão mista (formulação 9), apresenta-se na Tabela 4.6. O procedimento de preparação foi realizado em uma única etapa em que todos os ingredientes eram gradativamente adicionados ao moinho coloidal, contendo metade do solvente, no intervalo de uma hora.

Os ensaios de escolha da suspensão apropriada ao processo foram realizados variando-se a temperatura do ar de entrada entre 40 e 70 °C, a vazão das suspensões entre 3 e 11 mL/min, o tempo de atomização entre 30 minutos e 5 horas, a vazão do ar de atomização mantida no regime de fonte aberta e a temperatura da suspensão mantida à temperatura ambiente. As vazões do ar de jorro foram variadas de acordo com as necessidades de estabilização do jorro.

Formulações testadas com concentração de sólidos entre 11 a 16% apresentaram um maior umedecimento das partículas quando comparadas à utilização de formulações com uma maior concentração de sólidos. Desta forma, o controle operacional apresentou um maior grau de dificuldade, ocasionando eventualmente o estrangulamento do jorro e formação de aglomerados. Além disso, a utilização destas formulações resultou em tempos de processo muito longos para um crescimento significativo dos péletes, assim sendo, foram descartadas.

Tabela 4.6 - Formulações com bentonita utilizadas nos ensaios preliminares.

SUBSTÂNCIAS		FORMULAÇÕES (%)					
Função	Componente	7	8	9	10	11	12
Solvente	Água	78,00	78,70	77,50	83,00	80,50	78,00
	Polvilho	-	-	1,00	-	-	-
Ligante	Bentonita escura	10,00	20,00	20,00	-	-	-
	Bentonita clara	-	-	-	15,70	18,20	20,70
Enchimento	Talco	-	-	-	-	-	-
	CaCO ₃	10,00	-	-	-	-	-
Macro Nutrientes	NH ₄ H ₂ PO ₄	-	-	-	-	-	-
	KCl	-	-	-	-	-	-
Tensoativo	Estearato de Magnésio	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Plastificante	PEG 6000	1,50	0,80	1,00	0,80	0,80	0,80
Opacificante	Dióxido de Titânio	-	-	-	-	-	-
Concentração de sólidos (%)		22,00	21,30	22,50	17,00	19,50	22,00

As formulações 1 e 2 apresentaram-se inadequadas à peletização, apesar de produzirem péletes bastante uniformes em processos com altos rendimentos. Os péletes com uma camada muito fina de recobrimento preservaram a germinação das sementes, porém apresentaram uma camada branca de materiais na parte foliar dos brotos. Com 30 % de aumento de diâmetro médio de Sauter, em relação às sementes nuas, as pelotas não germinaram.

Com o mau desempenho das suspensões anteriores, retirou-se os macronutrientes no desenvolvimento da formulação 3 que, semelhante às duas primeiras, apresentou bons rendimentos e péletes bem arredondados. Porém, a germinação caiu 11,5 % com os péletes

apresentando aumento de 12 % em tamanho e não germinou com um aumento de tamanho de 44 %.

A parte foliar dos brotos das sementes peletizadas, utilizando-se a suspensão anterior, também apresentou camadas brancas de materiais de revestimento, por isto retirou-se o talco e diminuiu-se a quantidade de dióxido de titânio no desenvolvimento da formulação 4. Entretanto, os rendimentos dos ensaios foram muito baixos devido à grande quantidade de material elutriado.

As formulações 5 e 6 também apresentaram bons rendimentos e produtos com bom aspecto. A quantidade de dióxido de titânio foi diminuída, ocasionando uma melhora nos resultados de germinação, mas não o suficiente para se enquadrarem num nível aceitável de no mínimo 80 %, estipulado pelo Ministério da Agricultura de São Paulo (SAA-SP, 1988) para o comércio de sementes de brócolos. Desta forma, foram também descartadas.

Nas suspensões de bentonitas escura e clara, tanto o dióxido de titânio, quanto o talco foram descartados para eliminar os resíduos brancos, supostamente prejudiciais à germinação das sementes peletizadas. A Formulação 7 apresentou resultados razoáveis no rendimento (65 %), produziu péletes arredondados, com aumento de tamanho de 30 %. O único ensaio realizado com esta suspensão foi feito a 40 °C durante pouco mais de uma hora de atomização, entretanto o tempo global de processo foi de oito horas. Este tempo longo ocorreu devido às intermitências necessárias para evitar o estrangulamento do jorro, cuja causa seria o umedecimento excessivo. Além disso, a ocorrência de entupimentos e desvios do leque de pulverização provocou as interrupções no processo. Apesar disso, não houve queda do poder germinativo, indicando a adequação dos materiais envolvidos.

Para reduzir a quantidade de materiais elutriados, retirou-se o calcário no desenvolvimento da formulação 8, que de fato, resultou em bons rendimentos, ficando acima de 85 %. O vigor e o poder germinativo foram preservados em ensaios a 50 e 60 °C, com tempos de atomização de 3 horas cada e tempos globais de até 5 horas. Ensaios a 70 °C foram impossibilitados devido à quebra dos péletes na fase inicial do processo. Tal quebra também ocorreu em temperaturas mais baixas, porém em níveis menores. Os aumentos de tamanho foram de 35 a 40 %.

A formulação 9 foi uma tentativa de eliminar as quebras que ocorriam, principalmente nos primeiros 20 minutos de atomização, adicionando-se polvilho para aumentar o poder de coesão dos péletes formados. Os resultados dos ensaios com esta formulação foram positivos neste sentido, eliminando as quebras, porém a formação de aglomerados indesejáveis era freqüente numa ampla faixa de condições operacionais. Seria portanto necessário um estudo mais amplo para verificar a influência da concentração de polvilho nesta suspensão. Desta forma, decidiu-se incluir o polvilho apenas nos ensaios em condições operacionais previamente otimizadas.

As formulações 10, 11 e 12 foram desenvolvidas para estabelecer as faixas de condições operacionais apropriadas a um planejamento experimental, objetivando a otimização. As bentonitas claras, utilizadas para suprir a falta das bentonitas escuras, apresentaram-se adequadas para a preservação da qualidade das sementes, produzindo péletes com bom acabamento. Os ensaios com estas formulações apresentaram rendimentos um pouco abaixo dos ensaios com as formulações com bentonita escura, porém permitiram uma maior flexibilidade de operação.

A Figura 4.5 apresenta uma foto ilustrativa dos péletes produzidos nos ensaios preliminares de peletização.

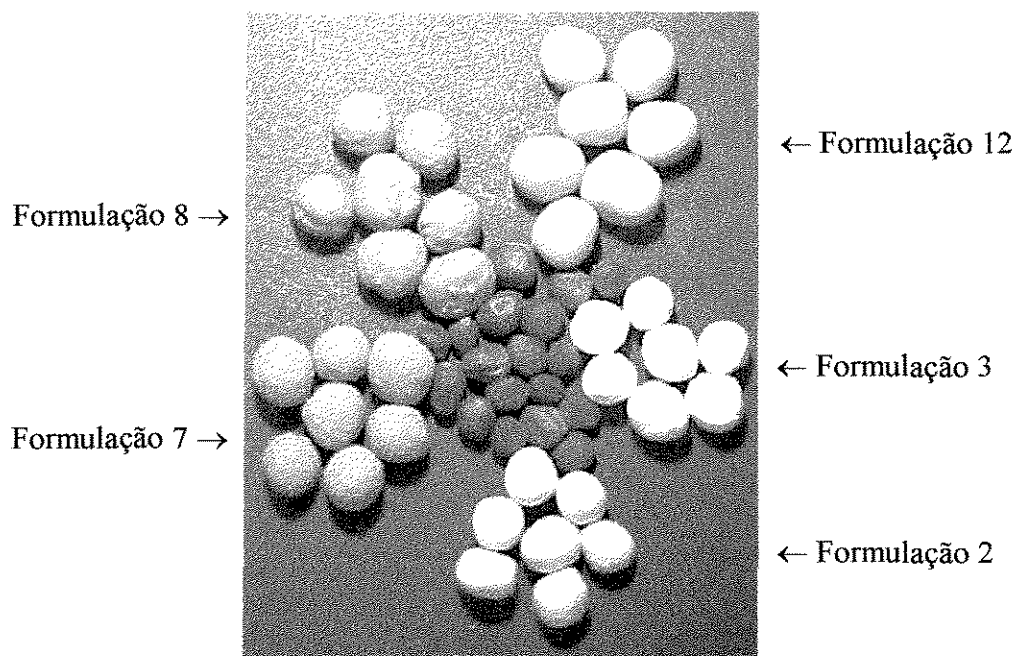


Figura 4.5 – Foto dos péletes produzidos nos ensaios preliminares de peletização.

Na foto, observa-se ao centro as sementes nuas. As setas indicam os péletes correspondentes às formulações utilizadas nos ensaios. Nota-se um evidente crescimento dos péletes, principalmente para os produzidos utilizando-se a formulação 12, a qual inclui argila bentonita clara. Além destes, nota-se também o bom aspecto dos péletes produzidos pelas formulações 7 e 8, as quais incluem argila bentonita escura, que apresentaram excelentes respostas à germinação. Não obstante a boa aparência dos péletes brancos produzidos nas formulações 2 e 3, o poder germinativo foi completamente suprimido a um certo nível de crescimento.

4.3 PLANEJAMENTO DOS ENSAIOS PRINCIPAIS DE PELETIZAÇÃO

Um planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central foi elaborado para avaliar quantitativamente a influência das variáveis controladas sobre as respostas de interesse, as quais serão apresentadas nos próximos tópicos. A execução do planejamento foi efetivada dentro da faixa de valores das variáveis independentes determinada nos ensaios preliminares de peletização e da fluidodinâmica do leito.

4.3.1 VARIÁVEIS INDEPENDENTES

A Tabela 4.7 mostra os valores correspondentes aos três fatores nos níveis estudados. A realização dos experimentos com três níveis permite investigar a falta de ajuste para um modelo linear através de um teste que verifica se algum componente é ou não linear na relação entre um fator e a variável dependente.

Tabela 4.7 – Valores das variáveis independentes e seus níveis correspondentes utilizados na peletização de sementes de brócolos.

Variáveis	Níveis		
	-1	0	+1
(Q_s) - Vazão de suspensão (mL/min)	4	6	8
(T_e) - Temperatura de entrada do ar ($^{\circ}\text{C}$)	40	50	60
(C_s) - Concentração de sólidos na suspensão (%)	17	19,5	22

Algumas variáveis, tais como vazão do ar de atomização (W_{at}), vazão do ar de jorro (W_g) e umidade relativa do ar de jorro, não foram incluídas como fatores para o planejamento, apesar de apresentarem efeitos significativos, fundamentados em estudos

anteriores (ver itens 2.5.2.7 e 2.5.2.8). Faz-se necessário, portanto, fornecer alguns esclarecimentos acerca disto.

➤ Primeiramente, em relação à vazão do ar de atomização, o procedimento descrito no item 4.2.4.1 demonstra que existe uma faixa estreita, considerada ótima para os valores da vazão do ar de atomização (W_{at}), nas condições especificadas para o processo de peletização. Por esta razão, a quantificação dos efeitos deste parâmetro foi dispensada, tornando evidente a necessidade de um estudo mais aprofundado sobre as considerações feitas no procedimento citado.

➤ Em segundo lugar, o efeito que a vazão do ar de jorro produz é geralmente estudada nos processos de recobrimento em que apenas uma fina camada de revestimento é aderida sobre a superfície das partículas, já que o aumento de peso do leito é pequeno, permitindo a utilização de W_g em vários níveis para comparação. Por outro lado, nos processos de granulação, dependendo do tipo de material utilizado, o aumento de peso do leito de partículas é geralmente muito significativo, exigindo um aumento contínuo de W_g para manter a estabilidade do jorro durante o processo e, conseqüentemente, impossibilitando a utilização deste parâmetro como um fator para o planejamento dos ensaios de peletização.

➤ Por último, a umidade relativa do ar de jorro não foi incluída no planejamento, o que pode comprometer os resultados. Entretanto, fez-se um acompanhamento da umidade relativa do ar, durante todo o tempo de processo e para cada ensaio experimental, os quais foram todos iniciados no período mais seco do dia, entre o meio dia e uma hora da tarde. Durante o período de processamento, todos os ensaios mantiveram-se dentro da faixa de 30 a 58 % de umidade relativa do ar.

A codificação das variáveis independentes, sendo um procedimento usual e convenientemente aplicado na metodologia de análise de superfície de resposta, foi feita da seguinte forma:

$$X_Q = (Q_s - 6) / 2 = \text{vazão da suspensão codificada;}$$

$$Y_T = (T_e - 50) / 10 = \text{temperatura do ar de entrada codificada e}$$

$$Z_C = (C_s - 19,5) / 2,5 = \text{concentração de sólidos na suspensão codificada.}$$

A Tabela 4.8 apresenta a matriz de planejamento dos ensaios realizados em ordem aleatória. Ao todo foram realizados 11 experimentos, sendo três deles repetições no ponto central. O procedimento para a modelagem estatística está apresentada no Anexo B.

Tabela 4.8 – Matriz de planejamento.

Ensaio	Ordem de realização dos ensaios	Variáveis independentes		
		Q_s	T_e	C_s
1	11	1	1	1
2	10	1	1	-1
3	8	1	-1	1
4	7	1	-1	-1
5	6	-1	1	1
6	9	-1	1	-1
7	5	-1	-1	1
8	3	-1	-1	-1
9	2	0	0	0
10	1	0	0	0
11	4	0	0	0

4.3.2 PARÂMETROS CONSTANTES

Os valores dos parâmetros estabelecidos nos ensaios preliminares, os quais permaneceram constantes durante as corridas do planejamento experimental encontram-se na Tabela 4.9.

Vale ressaltar que alguns parâmetros, os quais mantiveram seus valores iniciais fixos para cada ensaio, apresentaram valores finais superiores aos iniciais, pelas exigências de estabilidade e manutenção das melhores condições para o processo. A altura do bico atomizador, por exemplo, foi aumentada em alguns ensaios, numa escala de uns poucos centímetros para evitar o contato entre os póletes formados e o corpo do bico atomizador. Este aumento não foi avaliado no planejamento, entretanto, o aumento da vazão do ar de jorro, como se verá no próximo item, foi considerado como uma variável resposta para o estudo em questão.

Tabela 4.9 – Valores dos parâmetros constantes utilizados no planejamento experimental.

Parâmetros constantes	Valor
W_{gi} – Vazão inicial do ar de jorro (kg/min)	1,8 W_{jm}
Q_{at} – Vazão do ar de atomização (m ³ /h)	2,20
D_{ca} – Diâmetro do orifício da capa de ar (m)	$3,56 \cdot 10^{-3}$
h_{bico} – Altura do bico atomizador (m)	0,12
T_s – Temperatura da suspensão de peletização (°C)	25,00
m_{at} – Massa de material atomizada (kg)	0,3
h_{sem} – Altura inicial do leito de sementes (m)	$5,5 \cdot 10^{-2}$
m_{sem} – Massa inicial de sementes (kg)	0,1

4.3.2.1 TEMPO DE ATOMIZAÇÃO

O tempo de atomização das corridas foi estipulado, considerando-se um aumento de peso dos péletes de 3:1 (razão entre a massa do revestimento e a massa de sementes) para uma eficiência teórica de 100 %. O cálculo do tempo de atomização foi feito através da seguinte expressão:

$$t_{at} = \frac{m_{at}}{C_s \cdot Q_s \cdot \rho_s} \quad (4.5)$$

em que C_s é a concentração de sólidos na suspensão (kg/kg);

Q_s é a vazão da suspensão (mL/min);

ρ_s é a densidade das suspensões (kg/cm³) e

m_{at} é a massa de material de revestimento atomizado (kg).

A Tabela 4.10 apresenta os valores dos tempos de atomização para cada corrida realizada. As densidades das suspensões apresentadas na tabela são valores médios obtidos por picnometria, utilizando-se 10 amostras por suspensão.

Tabela 4.10 – Tempos de atomização das corridas no planejamento experimental.

Corrida	C _s (%)	Q _s (mL/min)	ρ _s (kg/m ³)	m _{at} (kg)	t _{at} (min)
1	22,0	8	1125,1	0,3	151,5
2	17,0	8	1049,0	0,3	210,3
3	22,0	8	1125,1	0,3	151,5
4	17,0	8	1049,0	0,3	210,3
5	22,0	4	1125,1	0,3	303,8
6	17,0	4	1049,0	0,3	419,7
7	22,0	4	1125,1	0,3	303,8
8	17,0	4	1049,0	0,3	419,7
9	19,5	6	1085,4	0,3	236,5
10	19,5	6	1085,4	0,3	236,5
11	19,5	6	1085,4	0,3	236,5

4.3.3 VARIÁVEIS DEPENDENTES

4.3.3.1 EFICIÊNCIA DO PROCESSO

Ao final de cada ensaio, retirava-se os péletes secos através do amostrador do leito, para em seguida pesá-los. O leito era então desmontado e seco em ambiente de laboratório, sendo posteriormente pesadas as partes cônica e cilíndrica, previamente tarados em balança com duas casas decimais. Em seguida, os materiais aderidos ao corpo do bico eram raspados com espátula, secos ao ambiente e pesados. Por último, pesava-se os materiais elutriados, os quais eram coletados num saco plástico preso ao ciclone Lapple.

Com base no balanço de sólidos no leito, a eficiência do processo foi calculada pela diferença de peso entre os péletes produzidos e a carga inicial das sementes dividido pela massa total atomizada de acordo com a seguinte expressão:

$$\eta = \frac{m_{pelet} - m_{sem}}{(m_{pelet} - m_{sem}) + P_E + P_{AL} + P_{AB}} 100 \quad (4.6)$$

em que m_{pelet} é a massa total dos péletes produzidos em cada ensaio (kg);

m_{sem} é a massa inicial de sementes (kg);

P_E são as perdas materiais por elutriação (kg);

P_{AL} são as perdas materiais por aderência às paredes do leito (kg) e

P_{AB} são as perdas materiais por aderência ao corpo do bico atomizador (kg).

As percentagens dos materiais elutriados (P_E), dos materiais aderidos às paredes do leito (P_{AL}) e dos materiais aderidos ao corpo do bico atomizador (P_{AB}) foram também registrados como respostas de interesse. A umidade dos péletes produzidos foi negligenciada.

4.3.3.2 CRESCIMENTO DOS PÉLETES

Os aumentos de massa (k_m) foram obtidos pela razão entre a massa dos revestimentos produzidos e a massa inicial de sementes, de acordo com a seguinte expressão:

$$k_m = \frac{m_{pelet} - m_{sem}}{m_{sem}} \quad (4.7)$$

As taxas globais de crescimento de massa (k_I) foram determinadas da seguinte forma:

$$k_I = \frac{k_m}{t_{at}} \quad (4.8)$$

Os aumentos de diâmetro (k_d) foram obtidos pela razão entre os diâmetros médios de Sauter dos péletes produzidos e o diâmetro médio de Sauter das sementes “in natura”, de acordo com a seguinte expressão:

$$k_d = \frac{\bar{d}_{pelet}}{\bar{d}_{sem}} \quad (4.9)$$

Para otimizar as variáveis independentes, apenas os valores de k_m e k_d foram utilizados, visto que k_I depende do tempo de atomização, o qual não está incluído como um fator para o planejamento experimental.

4.3.3.3 FLEXIBILIDADE DE OPERAÇÃO

A flexibilidade de operação de cada ensaio foi avaliada levando-se em conta o tempo total de operação relativo ao tempo de atomização (t_v/t_{at}) e o número de intermitências na atomização da suspensão (N_i) necessárias para evitar o colapso do jorro

ou para efetuar a limpeza do bico atomizador. Estas interrupções ocorreram com maior frequência nos ensaios de maior umedecimento das partículas, sendo que o critério para estabelecer a duração de cada intervalo de tempo de parada foi arbitrário, baseado apenas na visualização do movimento e desumidificação das partículas, ou, no caso de limpeza, a interrupção abrangia o tempo necessário para o desmonte, desentupimento e remontagem do sistema de atomização.

Ainda na avaliação da flexibilidade de operação, as necessidades de aumento da vazão do ar de jorro para manter a estabilidade também foram incluídas no planejamento como um parâmetro dependente das condições operacionais. Para tanto, utilizou-se a seguinte relação:

$$k_w = \frac{W_{gf}}{W_{gi} \cdot t_{at}} \quad (4.10)$$

em que k_w é a taxa de aumento da vazão do ar de jorro (h^{-1});

W_{gf} e W_{gi} são respectivamente as vazões do ar de jorro final e inicial e

t_{at} é o tempo total de atomização.

Foram discutidos também os fenômenos visualmente observados durante o processo, cuja ocorrência dificultou ou impossibilitou o desenvolvimento do processo, tais como umedecimento excessivo; formação de aglomerados “gêmeos”, “múltiplos” e “bolas de neve”; entupimentos e desvios do leque de pulverização; etc. Através destas observações, foi feita uma comparação com os possíveis fenômenos que ocorrem em um processo de recobrimento em leitos fluidizados, apresentado na revisão bibliográfica deste trabalho, na Figura 2.8 (item 2.5.2.8).

4.3.3.4 UNIFORMIDADE DOS PÉLETES

Definiu-se um parâmetro de uniformidade de massa (δ_m), de acordo com a equação:

$$\delta_m = \frac{\frac{\sigma_{m,pelet}}{m_{pelet}}}{\frac{\sigma_{m,sem}}{m_{sem}}} \quad (4.11)$$

em que $\sigma_{m,pelet}$ e $\sigma_{m,sem}$ são respectivamente, os desvios padrões das distribuições de massa dos péletes produzidos e das sementes nuas e \bar{m}_{pelet} e \bar{m}_{sem} são respectivamente, os valores médios da massa dos péletes produzidos e das sementes “despeletizadas”.

Para a determinação de \bar{m}_{pelet} , foram retirados ao acaso do lote final de cada ensaio experimental, 30 péletes para a pesagem individual em balança analítica com 4 casas decimais. Essa quantidade de sementes peletizadas constituiu em média, cerca de 0,17% do peso inicial (100g para cada ensaio), com base no peso das sementes sem o revestimento (despeletizadas). Quanto à representatividade de cada amostra, seria necessário um estudo populacional mais amplo para uma conclusão à respeito, entretanto, levando-se em conta as dificuldades de análise e a escassez de tempo, o tamanho da amostra foi considerado satisfatório para a realização do trabalho. Os valores dos desvios padrões para os parâmetros de uniformidade de massa serão apresentados para cada ensaio experimental.

Para a determinação da massa média das sementes despeletizadas (\bar{m}_{sem}), foram removidos os recobrimentos de cada pélete com uma espátula, permitindo assim a pesagem das sementes sem o recobrimento.

Semelhante à análise de uniformidade de peso, foi definido um parâmetro de uniformidade de tamanho δ_d , de acordo com a equação:

$$\delta_d = \frac{\sigma_{d,pelet}}{\bar{d}_{pelet}^g} \bigg/ \frac{\sigma_{d,sem}}{\bar{d}_{sem}^g} \quad (4.12)$$

em que: $\sigma_{d,pelet}$ e $\sigma_{d,sem}$ são respectivamente, os desvios padrões das distribuições de tamanho dos péletes produzidos e das sementes nuas e \bar{d}_{pelet}^g e \bar{d}_{sem}^g são respectivamente, os diâmetros médios geométricos dos péletes produzidos e das sementes “despeletizadas”.

Para a determinação de \bar{d}_{pelet} e \bar{d}_{sem} , foram utilizadas amostras contendo 15 péletes por corrida. Esta amostragem menor em relação àquela obtida para as análises de uniformidade de peso, deveu-se ao grau de dificuldade ainda maior dos procedimentos. Com o auxílio de um paquímetro, mediu-se individualmente as sementes peletizadas e

despeletizadas, em três dimensões ortogonais, de acordo com o procedimento descrito no item 4.1.3. Os valores dos desvios padrões para os parâmetros de uniformidade de tamanho também serão apresentados para cada ensaio experimental.

Os valores dos parâmetros de uniformidade δ_m e δ_d iguais a unidade são indicativos da reprodutibilidade das respectivas distribuições log-normal de peso e de diâmetro. Assim sendo, comparou-se em cada ensaio, as distribuições log-normal dos pesos e dos diâmetros dos péletes com a distribuição log-normal das sementes nuas apresentadas nas Figuras 4.1 e 4.2.

4.3.3.5 ESFERICIDADE

A esfericidade (ϕ) foi utilizada como uma medida para verificar a qualidade final dos péletes produzidos. Os resultados para cada ensaio, tanto para os péletes quanto para as sementes despeletizadas, foram obtidos de acordo com os procedimentos descritos no item 4.1.3.

4.3.3.6 QUALIDADE FISIOLÓGICA DAS SEMENTES PELETIZADAS

A qualidade fisiológica das sementes peletizadas foi avaliada através dos testes de germinação e vigor descritos no item 4.1.6. As respostas de interesse foram a queda do poder germinativo ($-\Delta G$) e a queda do vigor ($-\Delta V$).

4.4 ENSAIOS EM CONDIÇÕES OTIMIZADAS

Os ensaios em condições otimizadas foram realizados para avaliar o efeito da adição de polvilho, calcário e dos macronutrientes nas suspensões utilizadas nos ensaios do planejamento experimental. O objetivo foi aprimorar e desenvolver uma suspensão mais adequada ao tratamento com sementes de brócolos, resultando em péletes mais resistentes. A faixa de concentração estudada para cada componente foi de 0,5 a 1,0 % de polvilho, 1,0 a 10,0 % de calcário e a mesma faixa de 0,25 a 2,5 % de cloreto de potássio e fosfato de amônio monobásico.

4.5 ISOTERMAS DE ADSORÇÃO DAS SEMENTES PELETIZADAS

Tendo em vista o armazenamento, como descrito no item 2.4.6.2, foram construídas as isotermas de adsorção de umidade das sementes nuas e dos péletes produzidos nos ensaios em condições otimizadas, a 25 °C pelo método dinâmico, através do equipamento DVS 2/2000 (Dynamic Vapour Sorption – produzido por SMS - Surface Measurement Systems).

Originalmente desenvolvido para as rigorosas exigências da indústria farmacêutica, o DVS apresenta melhoras significativas em termos de tempo e precisão sobre os métodos tradicionais de sorção de umidade. Em particular, o DVS permite a construção de isotermas de sorção de umidade em questão de horas, ao contrário dos métodos estáticos convencionais que podem levar semanas ou meses (Levoguer, 2002)

Sendo portanto o processo automatizado, o procedimento é simples e decorre programando-se o equipamento contendo as amostras previamente secas, na umidade relativa desejada. O DVS registra as mudanças de peso das amostras devido à sorção de vapor de água e quando o ponto de equilíbrio é atingido, o programa determina os dados de equilíbrio para a construção das isotermas, com base no peso constante das amostras. A Figura 4.6 apresenta um diagrama esquemático do equipamento utilizado.

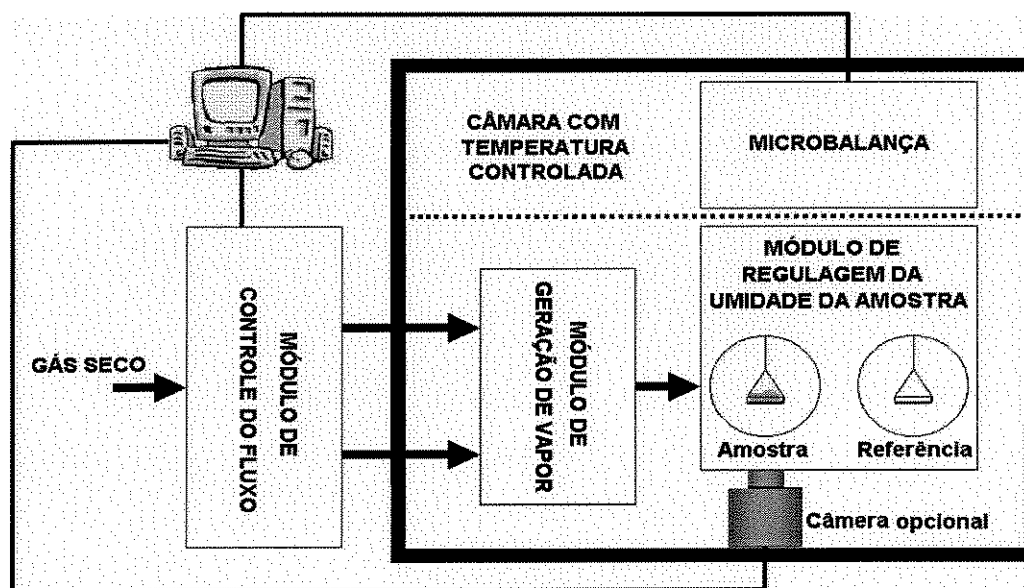


Figura 4.6 – Diagrama esquemático do analisador automatizado DVS de sorção de umidade de água.

4.5.1 ANÁLISE DOS DADOS

A descrição da relação entre o teor de umidade de equilíbrio, umidade relativa de equilíbrio e a temperatura foi avaliada de acordo com os modelos recomendados pela “American Society of Agricultural Engineers” (ver item 2.4.6.2):

$$\text{Chung-Pfost modificado: } \varphi = \exp\left[\frac{-A}{T+C} \exp(-B.U_{eq})\right] \quad (4.13)$$

$$\text{Halsey modificado: } \varphi = \exp\left[\frac{-\exp(A+B.T)}{U_{eq}^C}\right] \quad (4.14)$$

$$\text{Oswin modificado: } U_{eq} = (A+B.T)\left(\frac{\varphi}{1-\varphi}\right)^C \quad (4.15)$$

$$\text{Henderson modificado: } \varphi = 1 - \exp[-A(T+B)U_{eq}^C] \quad (4.16)$$

$$\text{GAB: } U_{eq} = \frac{A.B.C.\varphi}{(1-B.\varphi)(1-B.\varphi+B.C.\varphi)} \quad (4.17)$$

em que U_{eq} é a umidade de equilíbrio (% b.s.);
 φ é a umidade relativa (decimal);
A, B e C são as constantes apropriadas para cada modelo e
T é a temperatura em $^{\circ}\text{C}$.

Os parâmetros B e C na Equação de GAB podem ser correlacionados com a temperatura utilizando-se as seguintes equações (Labuza *et al.*, 1985):

$$B = B_0 \exp\left(\frac{h_1}{RT_{ab}}\right) \quad (4.18)$$

$$C = C_0 \exp\left(\frac{h_2}{RT_{ab}}\right) \quad (4.19)$$

em que B_0 , C_0 , h_1 e h_2 são constantes;
 T_{ab} é a temperatura absoluta em K e
R é a constante universal dos gases em kJ/kmol K.

Os modelos foram ajustados aos dados experimentais através da análise de regressão não-linear, pelo método “Quasi-Newton”, utilizando o aplicativo STATISTICA® 5.5 (StatSoft, Inc., 1984-2003). A adequação de cada um dos modelos para exprimir a relação da umidade de equilíbrio com a umidade relativa e a temperatura, foi avaliada por meio do desvio padrão estimado (σ), dos valores da variância explicada (R^2), expressos em porcentagem, e também através da análise da distribuição dos resíduos.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 ENSAIOS PRELIMINARES

5.1.1 FLUIDODINÂMICA DO LEITO DE JORRO CONVENCIONAL

O primeiro parâmetro fluidodinâmico obtido experimentalmente foi a altura máxima de jorro estável (H_{\max}), o qual é muito importante para o projeto de leitos de jorro, pois estabelece uma altura máxima que assegura a circulação adequada de sólidos. O valor deste parâmetro foi obtido em 0,13 m, o equivalente a 1,703 kg de sementes de brócolos. A altura foi medida entre a base do leito e a superfície do leito de sementes, neste caso estabelecida na parte cilíndrica do leito de jorro.

Os dados de queda de pressão devido ao leito (ΔP_L) foram obtidos descontando-se dos valores da queda de pressão total (ΔP_T), os valores da queda de pressão devido ao bocal de entrada do leito (ΔP_b). Os valores de ΔP_T foram lidos diretamente dos manômetros instalados na montagem experimental, de acordo com a Figura 3.6 (legenda 9).

Para a obtenção dos valores de ΔP_b , foi construído um gráfico dos valores de queda de pressão no leito vazio em função da vazão do ar de jorro, obtidos sem o ar de atomização.

A vazão de jorro mínimo (W_{jm}) e a queda de pressão máxima (ΔP_{\max}) foram determinados baseando-se em observações visuais, empregando-se a metodologia proposta por Mathur e Epstein (1974), e utilizando os gráficos característicos apresentados na Figura 5.1a e 5.1b, os quais representam respectivamente as curvas de queda de pressão no leito em função da vazão do ar de jorro para cargas de 100 e 400g de sementes (cargas determinadas de acordo com os itens 4.2.2 e 4.2.4, respectivamente). Observa-se que as curvas apresentam o comportamento típico dos leitos de jorro (Mathur e Epstein, 1974).

Estes parâmetros são também de grande importância para o desenvolvimento do projeto de um leito de jorro, pois fornecem o valor da vazão mínima necessária para manter a estabilidade do jorro e o valor da resistência a ser vencida pelo soprador.

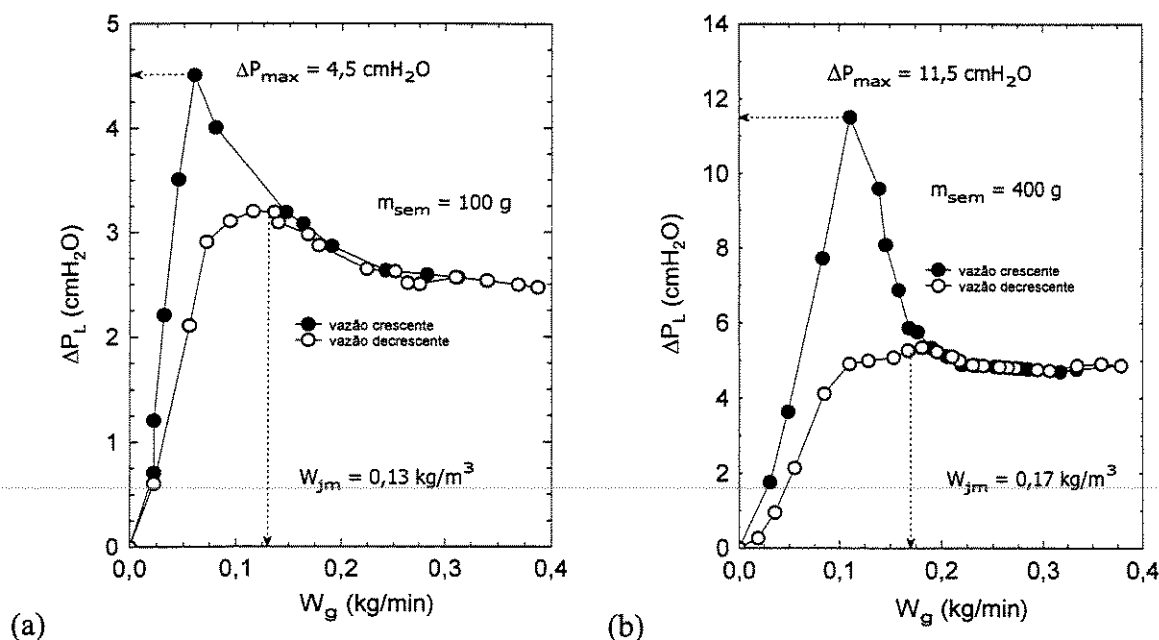


Figura 5.1 – Curva de queda de pressão em função da vazão do ar de jorro para o leito com 100 e 400 g de sementes, sem atomização.

5.1.2 ENSAIOS DE DANOS MECÂNICOS E FISIOLÓGICOS

As condições operacionais e os resultados experimentais obtidos para a perda da qualidade das sementes durante a operação de jorro estão apresentados na Tabela 5.1. Os ensaios 9 a 16 são repetições. Para facilitar a análise do planejamento, a queda da germinação normal ($-\Delta G$) e a queda do vigor ($-\Delta V$) foram considerados nulos para os ensaios que apresentaram valores de germinação e vigor superiores aos valores iniciais apresentados na Tabela 4.1. Da mesma forma, os aumentos de plântulas anormais (ΔPA), e aumentos de sementes mortas (ΔM) foram considerados nulos para os casos em que seus respectivos valores foram inferiores aos valores iniciais apresentados na Tabela 4.1.

Observa-se na Tabela 5.1 que a queda da germinação normal, ou seja, a redução das plântulas normais chegou a 9,38 % nos níveis mais altos das variáveis independentes. Neste caso, a germinação inicial que era de 93,63 %, caiu para 84,25 %, demonstrando uma forte resistência das sementes que, mesmo depois de processadas em condições desfavoráveis, mantiveram-se em um nível de qualidade ainda aceitável (o padrão nacional mínimo de germinação é de 70% - ver item 2.1.3).

Tabela 5.1 – Resultados do planejamento fatorial 2^3 para estudar o efeito do jorro de sementes nuas e sem atomização, sobre a qualidade fisiológica.

Ensaio	t_j (h)	W_g/W_{jm} (-)	T_e (°C)	DM (%)	-ΔG (%)	-ΔV (%)	ΔPA (%)	ΔM (%)
1	-1	-1	-1	8	0,00	2,75	0,00	0,25
2	-1	-1	1	20	2,38	0,75	0,63	1,75
3	-1	1	-1	8	0,13	0,00	0,00	0,25
4	-1	1	1	8	2,38	1,50	0,13	2,25
5	1	-1	-1	4	1,38	4,75	1,38	0,00
6	1	-1	1	12	8,88	11,50	6,38	2,50
7	1	1	-1	4	1,88	0,00	1,13	0,75
8	1	1	1	16	8,63	6,75	3,38	5,25
9	-1	-1	-1	0	3,13	5,75	3,38	0,00
10	-1	-1	1	16	2,38	3,00	0,13	2,25
11	-1	1	-1	0	2,63	2,50	0,13	2,50
12	-1	1	1	12	0,13	1,00	0,13	0,00
13	1	-1	-1	0	0,00	7,25	0,00	0,25
14	1	-1	1	12	2,13	3,50	0,63	1,50
15	1	1	-1	12	9,38	7,25	7,38	2,00
16	1	1	1	20	9,38	14,25	5,38	4,00

O percentual de danos mecânicos, que inclui tanto os tecidos danificados vivos quanto os tecidos mortos, variou de 0 a 20 %. Evidencia-se portanto que para produzir péletes de sementes de brócolos em leito de jorro, é necessário a utilização de materiais que protejam as sementes em tempo hábil de processamento, de maneira a evitar esses danos, evitando assim a queda da qualidade.

Nos níveis mais altos dos fatores estudados, os resultados médios foram de 18% para danos mecânicos, 9 % para a queda da germinação normal, 10,5 % para a queda do vigor, 4,38% para o aumento de plântulas anormais e 4,63 % para o aumento do número de sementes mortas.

Esses resultados mostram que a qualidade das sementes, representada por todas as variáveis dependentes, foi mais afetada nos níveis mais altos dos fatores estudados, demonstrando resultados esperados, visto que quanto maior é a vazão do ar de jorro, maior é a intensidade dos choques interpartículas e nas paredes, quanto maior é o tempo de exposição ao jorro, maior é o tempo de ocorrência dos choques e quanto maior a

Assim sendo, a baixa reprodutibilidade dos resultados torna inviável a quantificação dos efeitos das variáveis independentes e a modelagem estatística. Acredita-se que oscilações no teor de água das sementes durante os ensaios podem ter comprometido a confiabilidade dos resultados.

Tabela 5.3 – Análise de variância para os resultados de vigor (ensaios de danos mecânicos).

ENSAIO	VIGOR (%)				TUKEY	ANÁLISE DE VARIÂNCIA						
	Repetições				Média $\Delta = 9,50$	Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	F _{1%}	
1	82	80	91	81	83,50ab	Tratamentos	16	1198,53	74,91	5,52	2,98	
2	85	85	88	84	85,50ac	Resíduo	51	691,50	13,56			
3	90	85	88	91	88,50a	Total	67	1890,03				
4	89	84	83	83	84,75ac							
5	80	77	84	85	81,50abc	Em que:						
6	77	73	80	69	74,75bd	GL = Graus de Liberdade						
7	89	84	84	90	86,75ac	SQ = Soma dos Quadrados						
8	83	78	84	73	79,50abcd	QM = Quadrado Médio						
9	79	85	79	79	80,50abcd	$F = \frac{QM(\text{tratamento})}{QM(\text{resíduo})}$						
10	84	82	87	80	83,25abc							
11	86	86	77	86	83,75abc	Δ = Diferença mínima significativa, calculada						
12	85	81	89	86	85,25ac	pelo teste de Tukey no nível de 5 % de						
13	82	73	85	76	79,00bcd	probabilidade.						
14	83	80	85	83	82,75abc	a, b, c, d = Médias seguidas de mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey 5 %.						
15	77	84	74	81	79,00bcd							
16	70	73	69	76	72,00d							
T*	84,5	86,5	87	87	86,25ac	* Testemunha						

Diferenças expressivas podem ser observadas também entre os resultados dos ensaios de danos mecânicos e suas respectivas duplicatas. A isto, pode-se atribuir ao fato de que muitas vezes, resultados obtidos entre e dentre laboratórios, são variáveis. Em muitos casos, a alta acidez da solução de tetrazólio, utilizada nos testes, pode ser uma causa importante destas variações.

De acordo com Souza (1994), o pH ideal das soluções de tetrazólio deve situar-se na faixa de 6 a 8. Frequentemente, entretanto, soluções preparadas apenas com água destilada são ácidas, isto é, apresentam pH menor que estes valores. Em consequência, a

coloração dos embriões ocorre de forma inadequada, causando interpretações errôneas do estado de viabilidade das sementes. O pH das soluções depende fundamentalmente da qualidade da água utilizada no seu preparo.

Uma vez que os testes de danos mecânicos foram encomendados (ver item 4.2.2.1), sendo os resultados fornecidos sem informações à respeito do pH das soluções utilizadas, diagnósticos mais precisos ficam impossibilitados de serem feitos.

Observa-se ainda nas Tabelas 5.2 e 5.3 que os valores de F calculado em 4,19 para a germinação e 5,52 para o vigor são valores maiores que o valor de F tabelado em $F_{1\%} = 2,98$. Considera-se portanto que os resultados são altamente significativos, pois a probabilidade de ausência de efeitos nos ensaios é de apenas 1%.

5.1.2.1 CONSIDERAÇÕES FINAIS SOBRE OS ENSAIOS DE DANOS MECÂNICOS E FISIOLÓGICOS

Os resultados até aqui indicam que o processo de peletização de sementes de brócolos em leitos de jorro requer muito cuidado na seleção dos valores das variáveis independentes do processo. A alternativa para resolver o problema da termossensibilidade das sementes é operar em baixas temperaturas, porém, nos casos em que isto não é possível, há a necessidade de utilização de materiais com propriedades isolantes térmicas. Além disso, espera-se que a aderência dos materiais de peletização ocorra no menor tempo possível e em quantidade suficiente para proteger as sementes contra os choques. A faixa de valores da temperatura utilizada nos testes de danos serviu como base para os testes preliminares de peletização

Devido à baixa reprodutibilidade dos resultados, não foi possível quantificar a influência das condições operacionais do jorro sobre as perdas da qualidade fisiológica das sementes de brócolos. Acredita-se que a maior fonte de erro se deve às variações do vigor e germinação apresentadas por sementes com diferentes teores de umidade.

Além disso, o tamanho inicial das sementes é um fator que deve ser considerado, uma vez que podem apresentar diferenças no poder germinativo. Assim sendo, fez-se um breve estudo sobre a capacidade de germinação das sementes de brócolos em diferentes classes de tamanho, conforme o tópico seguinte.

5.1.3 EFEITO DO TAMANHO INICIAL SOBRE A CAPACIDADE DE GERMINAÇÃO DAS SEMENTES DE BRÓCOLOS

Os resultados para a classificação por tamanho das sementes do lote B encontram-se na Tabela 5.4. A fração retida na peneira de 1,68 mm foi a mais representativa, correspondendo a 81,05 % do peso das amostras e a fração menor que 1,41 mm conteve apenas 0,68 % e, por este motivo, foi descartada.

Tabela 5.4 – Porcentagem em peso para as diferentes classes de tamanho de sementes de brócolos.

Classe de tamanho das sementes (mm)	Porcentagem em peso
Maior que 2,00	2,77
1,68 a 2,00	81,05
1,41 a 1,68	15,50
Menor que 1,41	0,68

Os resultados da germinação normal, para cada classe de tamanhos, foram submetidos à análise de variância para os ensaios inteiramente casualizados, com 4 repetições, e a comparação entre as médias foi efetuada através do teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

A Tabela 5.5 apresenta os resultados referentes à germinação em cada classe de tamanho de sementes.

Tabela 5.5 – Capacidade de germinação para as diferentes classes de tamanho de sementes de brócolos.

Classe de tamanho das sementes (mm)	Porcentagem de germinação (%)				
	Repetições				Média
Maior que 2,00	90	90	84	92	89,00ac
1,68 a 2,00	92	92	92	94	92,50a
1,41 a 1,68	82	85	84	85	84,00bc
Testemunha	85	85	88	93	87,75ac

(a,b,c) Médias seguidas de mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey 5%

Observa-se que a capacidade de germinação foi afetada pelo tamanho das sementes. Aquelas retidas na peneira 1,41 mm revelaram menor capacidade de germinação do que as maiores de 1,68 mm (a diferença significativa é apontada por letras diferentes). As sementes não classificadas (testemunhas) não diferiram das classificadas.

A Tabela 5.6 apresenta os resultados do teste F e do teste de Tukey.

Tabela 5.6 – Análise de variância e teste de Tukey para os efeitos do tamanho inicial das sementes de brócolos.

Fonte de variação	Teste F				Teste de Tukey	
	G.L.	S.Q.	Q.M.	F	F _{1%}	Diferença mínima significativa (Δ)
Tratamentos	3	147,688	49,2292	6,73	5,95	5,68
Resíduo	12	87,75	7,3125			
Total	15	235,438				

O valor de $F = 6,73$ apresentado na análise de variância (obtida de acordo com Gomes, 1987) demonstra que o poder germinativo obtido em cada classe de tamanho difere significativamente ao nível de 1% de probabilidade. O teste de Tukey serviu para identificar as diferenças significativas entre as médias. O valor $\Delta = 5,68$ é a diferença mínima entre as médias da germinação para que sejam significativas.

Esses resultados permitem recomendar ao processo de peletização, a classificação do lote de sementes de brócolos utilizando-se a peneira de 1,68 mm. A fração maior que 1,68 mm compreende 83,82 % do peso do lote com qualidade superior às demais, e com tamanhos mais uniformes. Entretanto, as sementes menores não devem ser descartadas, pois podem ter a mesma qualidade genética das sementes maiores.

5.2 ENSAIOS PRINCIPAIS DE PELETIZAÇÃO

A análise do planejamento experimental dos ensaios principais de peletização foi feita, conforme descrita no capítulo anterior, não apenas com ênfase na eficiência do processo e no crescimento dos péletes produzidos, mas também direcionada a outras observações consideradas importantes, as quais puderam ser incluídas como respostas de interesse.

Nos ensaios preliminares observou-se que as corridas mais eficientes ou com maiores taxas de aumento de massa dos péletes, nem sempre originaram péletes aparentemente mais uniformes e algumas vezes apresentaram muita dificuldade operacional. Assim sendo, buscou-se estudar os efeitos das variáveis independentes pela análise conjunta da eficiência e crescimento com a flexibilidade de operação, com a uniformidade de peso e de tamanho dos péletes produzidos, com a esfericidade e com a qualidade fisiológica final dos péletes.

Os resultados são mostrados seqüencialmente nos próximos tópicos e, ao final, um resumo e uma análise serão apresentados com ênfase na otimização conjunta das condições operacionais.

5.2.1 EFICIÊNCIA DO PROCESSO

As condições operacionais e os resultados experimentais obtidos para a eficiência do processo (η), perdas materiais por elutriação (P_E), perdas materiais por aderência às paredes do leito (P_{AP}) e ao corpo do bico atomizador (P_{AB}) encontram-se na Tabela 5.7. Pode-se observar uma baixa reprodutibilidade dos resultados dos ensaios nos pontos centrais, principalmente para as perdas materiais (P_E , P_{AL} e P_{AB}).

A causa mais provável é atribuída às intermitências sofridas nestes ensaios, já que o motivo de parada foi principalmente os desvios do leque de pulverização, os quais certamente provocaram variações nestas perdas.

Com base na Tabela 5.7 foram avaliados os efeitos dos fatores sobre as respostas de interesse e, com a geração de modelos estatísticos, foi possível avaliar a linearidade entre estas variáveis. A otimização foi feita com o auxílio da Função Desejabilidade

Global, permitindo encontrar valores máximos para eficiência e mínimos para as perdas de materiais por elutriação e pela aderência às paredes do leito e ao corpo do bico atomizador.

Tabela 5.7 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para estudar o efeito dos fatores sobre a eficiência do processo.

Ensaio	Q_s	T_e	C_s	η (%)	P_E (%)	P_{AL} (%)	P_{AB} (%)
1	1	1	1	68,5	11,0	19,0	1,6
2	1	1	-1	73,2	13,8	10,2	2,8
3	1	-1	1	60,6	27,5	6,4	5,5
4	1	-1	-1	67,7	18,1	9,1	5,1
5	-1	1	1	45,7	38,7	10,3	5,2
6	-1	1	-1	55,3	23,7	16,7	4,3
7	-1	-1	1	48,9	27,3	18,7	5,0
8	-1	-1	-1	66,3	21,5	9,0	3,1
9	0	0	0	78,0	9,2	11,4	1,4
10	0	0	0	81,2	5,5	13,3	0,0
11	0	0	0	80,3	7,7	9,6	2,4

5.2.1.1 INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS INDEPENDENTES

Para saber quais variáveis independentes exercem maior influência, é necessário avaliar quantitativamente os efeitos em todos os níveis dos fatores, o que pode ser feito analisando-se os diagramas da Figura 5.2. Os valores apresentados em cada histograma são efeitos padronizados, os quais são obtidos pela razão entre o valor do efeito estimado e o seu desvio padrão correspondente.

A linha vertical que corta os efeitos indica a magnitude mínima dos efeitos estatisticamente significativos, e corresponde ao valor absoluto no limite de confiança de 95 %, com o número de graus de liberdade em que foram determinados os desvios padrão dos efeitos. No Apêndice B, encontram-se as tabelas de estimativa dos efeitos dos fatores sobre as respostas de interesse (Tabelas B1 a B4).

Quando são utilizadas corridas no ponto central de um planejamento fatorial, pode-se comparar as respostas das variáveis dependentes neste ponto com o valor médio

para o resto das observações, permitindo checar a curvatura do planejamento (Box e Draper, 1987).

Se a média dos valores de uma variável dependente no centro do planejamento é significativamente diferente da média global em todos os outros pontos, então é muito provável que pelo menos um fator apresente relação não-linear com a variável dependente.

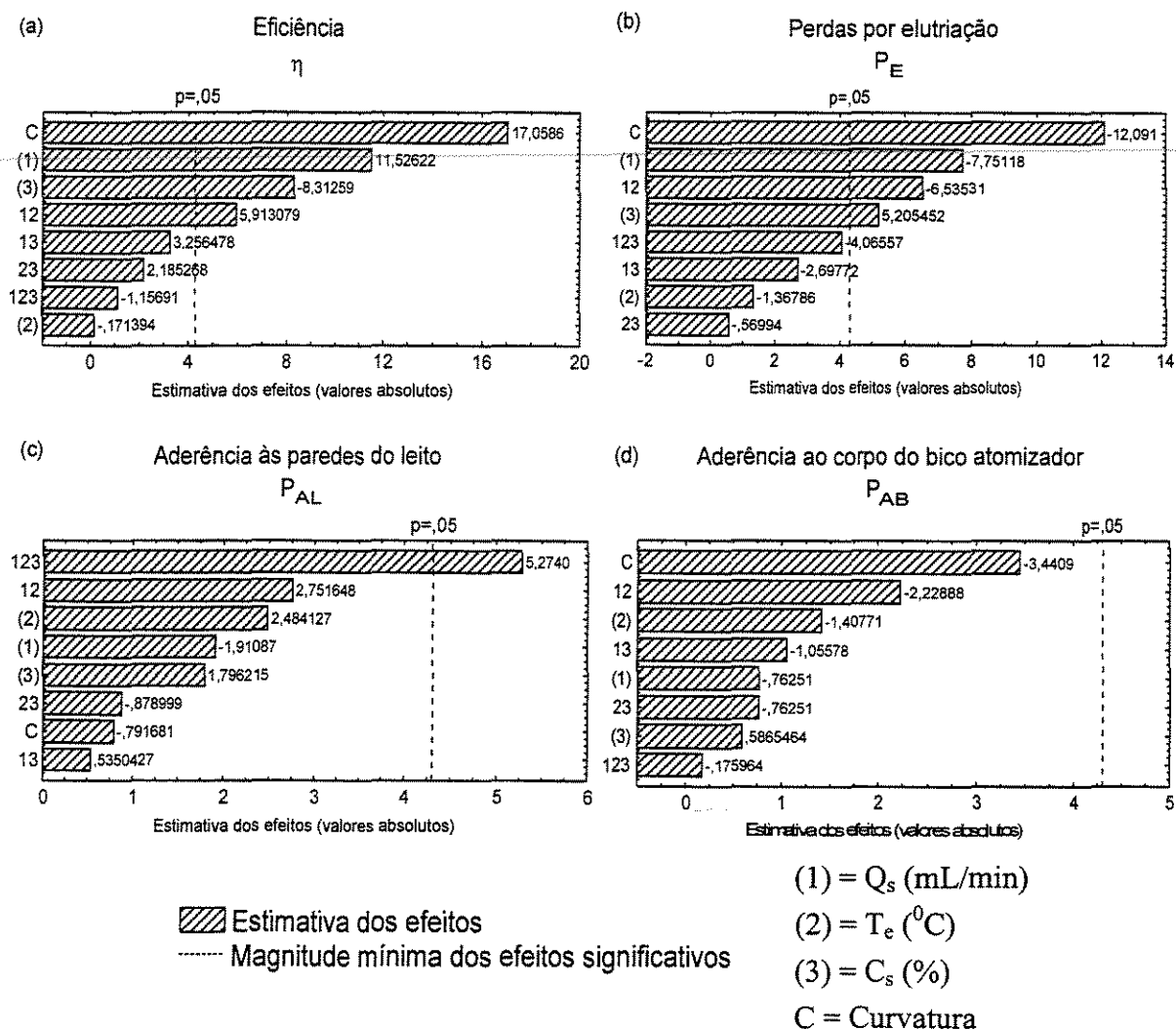


Figura 5.2 – Diagramas de Pareto dos efeitos padronizados sobre a eficiência e perda material durante o processo de peletização de sementes de brócolos.

O diagrama de Pareto, apresentado na Figura 5.2, mostra que os efeitos da curvatura sobre a eficiência do processo e sobre as perdas por elutriação são muito significativos, indicando que os modelos gerados para essas duas variáveis dependentes podem ser melhor representados em sua forma quadrática. Este assunto porém, será discutido com mais detalhe nos próximos tópicos, relativos ao desenvolvimento dos modelos lineares e otimização das variáveis independentes.

Em relação aos resultados sobre as perdas por aderência às paredes do leito e ao corpo do bico atomizador, não há interferência da curvatura, sendo portanto um indicativo da linearidade das respostas. O efeito da temperatura do ar de entrada não influenciou significativamente nenhuma resposta, entretanto sua interação, principalmente com a vazão de suspensão, causou variações significativas sobre a eficiência, sobre as perdas por elutriação e sobre a aderência às paredes do leito. Nota-se que η e P_E foram fortemente influenciados pelo efeito principal da vazão de suspensão e com menos intensidade pela concentração de sólidos na suspensão de peletização.

Em relação aos efeitos sobre as outras respostas, apenas o efeito da interação entre os três fatores estudados foi significativo sobre P_{AL} e nenhum efeito influenciou significativamente P_{AB} . Estes resultados demonstram a adequação da faixa de valores das variáveis independentes utilizada no planejamento experimental e confirmam a consistência das considerações feitas nos ensaios preliminares para o estabelecimento dos níveis máximo e mínimo para cada fator estudado.

A análise física desses resultados será apresentada no tópico sobre a otimização das variáveis independentes, já que pode ser melhor compreendida observando-se os gráficos de superfície de respostas.

5.2.1.2 MODELO PARA A EFICIÊNCIA DO PROCESSO

Seguindo o procedimento descrito no Anexo B, relativo ao desenvolvimento de modelos estatísticos, gerou-se uma equação para a eficiência do processo, a qual apresentou o maior valor de $R^2_{ajustado}$ (98,76 %), em que o efeito principal da temperatura de entrada de ar foi desconsiderado.

O modelo estatístico gerado para a eficiência do processo, dentro do limite de confiança de 95 %, é representado pela seguinte equação:

$$\begin{aligned} \eta = & 303,34 - 25,835 Q_s - 10,82 C_s - 3,609 T_e + 0,43575 Q_s T_e + \\ & + 1,055 Q_s C_s + 0,132 C_s T_e - 0,0135 Q_s C_s T_e + \text{curvatura} \end{aligned} \quad (5.1)$$

em que: curvatura = 0 para $4 \text{ mL/min} \geq Q_s \geq 8 \text{ mL/min}$
 curvatura = 19,0583 para $4 \text{ mL/min} < Q_s < 8 \text{ mL/min}$

Essa equação leva em consideração o efeito da curvatura provocada exclusivamente pela variação de Q_s , e só pode ser utilizada nas condições especificadas.

A análise de variância é apresentada na Tabela 5.8, na qual observa-se que o modelo é significativo, apresentando F calculado mais de 8 vezes o valor de F tabelado em 5 % de probabilidade, e não se evidencia falta de ajuste.

Tabela 5.8 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados da eficiência do processo de peletização de sementes.

Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	F _{5%}	Significância
Modelo	6	690,74	137,42	74,68	8,94	Significativo
Curvatura	1	792,48	792,48	430,70	10,13	Significativo
(1) = Q_s	1	361,81	361,81	196,64	10,13	Significativo
(3) = C_s	1	188,18	188,18	102,27	10,13	Significativo
12	1	95,22	95,22	51,75	10,13	Significativo
13	1	28,88	28,88	15,70	10,13	Significativo*
23	1	13,00	13,00	7,07	10,13	-
123	1	3,65	3,65	1,98	10,13	-
Falta de ajuste	1	0,08	0,08	0,015	18,51	-
Resíduo	3	5,53	1,84			
Erro puro	2	5,45	2,72			
Total	10	1488,74				

$$R^2 = 99,63 \%$$

$$R^2_{\text{ajustado}} = 98,76 \%$$

* O efeito 13 passou a ser significativo após a escolha do melhor modelo pelo maior R^2_{ajustado}

O erro experimental foi de 1,36, o equivalente a 2,1 % em torno da média dos valores observados. A Figura 5.3 apresenta a comparação entre os valores preditos pela Equação 5.1 e os valores observados nos ensaios experimentais.

O modelo, portanto, pode ser utilizado para predição da eficiência do processo de peletização, levando-se em conta as considerações feitas para o seu desenvolvimento e utilizando-se uma suspensão de argila bentonita.

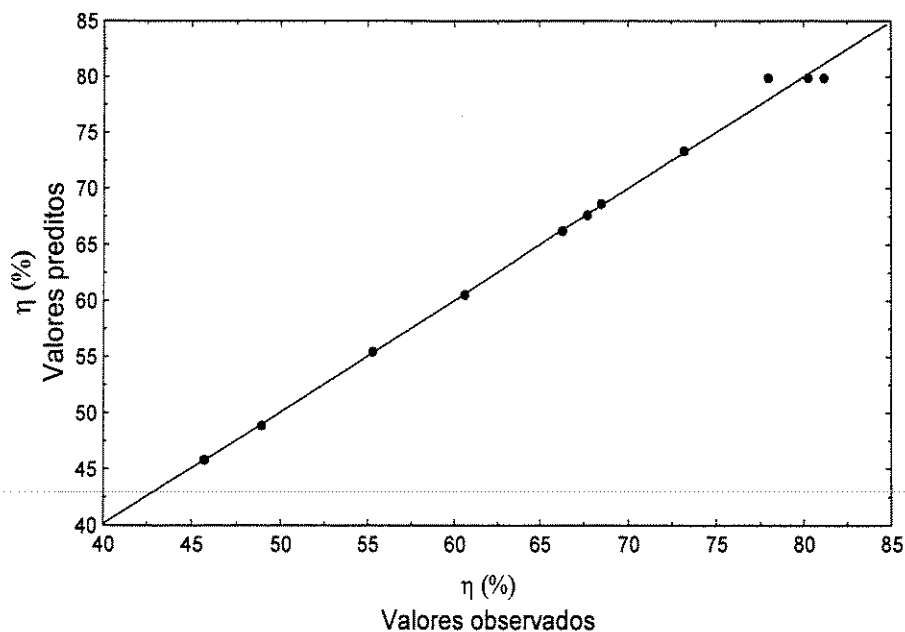


Figura 5.3 - Comparação dos valores observados de η com os preditos pela Equação 5.1.

5.2.1.3 MODELO PARA AS PERDAS POR ELUTRIAÇÃO

O modelo para as perdas de materiais por elutriação que apresentou o maior valor de $R^2_{ajustado}$ (97,45 %) foi gerado desconsiderando-se o efeito de interação entre a temperatura do ar de entrada e a concentração de suspensão.

O modelo gerado é representado pela seguinte equação:

$$P_E = 218,225 - 37,04 Q_s - 12,55 C_s - 4,9695 T_e + 0,82825 Q_s T_e + 2,32 Q_s C_s + 0,321 C_s T_e - 0,0535 Q_s C_s T_e - curvatura \quad (5.2)$$

em que: $curvatura = 0$ para $4 \text{ mL/min} \geq Q_s \geq 8 \text{ mL/min}$

$curvatura = 15,2333$ para $4 \text{ mL/min} < Q_s < 8 \text{ mL/min}$

Essa equação, como na anterior, leva em consideração o efeito da curvatura provocada exclusivamente pela variação de Q_s , e só pode ser utilizada nas condições especificadas.

A análise de variância, apresentada na Tabela 5.9, mostra que o modelo é significativo, apresentando F calculado de aproximadamente 4 vezes o valor de F tabelado em 5 % de probabilidade.

Tabela 5.9 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados da perda material por elutriação.

Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	F _{5%}	Significância
Modelo	6	538,78	89,80	33,51	8,94	Significativo
Curvatura	1	506,30	506,30	188,92	10,13	Significativo
(1) = Q _s	1	208,08	208,08	77,64	10,13	Significativo
(2) = T _e	1	6,48	6,48	2,42	10,13	-
(3) = C _s	1	93,85	93,85	35,02	10,13	Significativo
12	1	147,92	147,92	55,19	10,13	Significativo
13	1	25,21	25,21	9,41	10,13	-
123	1	57,24	57,24	21,36	10,13	Significativo *
Falta de ajuste	1	1,13	1,13	0,33	18,51	-
Resíduo	3	8,05	2,68			
Erro puro	2	6,93	3,46			
Total	10	1053,13				

$$R^2 = 99,24 \%$$

$$R^2_{\text{ajustado}} = 97,45 \%$$

* O efeito 123 passou a ser significativo após a escolha do modelo pelo maior R^2_{ajustado}

Não há evidência de falta de ajuste para o modelo. A Equação 5.2 pode ser utilizada para fins preditivos com um erro experimental de 1,64 (9,1 % em torno da média dos valores observados). A Figura 5.4 apresenta o gráfico dos valores observados contra os valores preditos pela Equação 5.2.

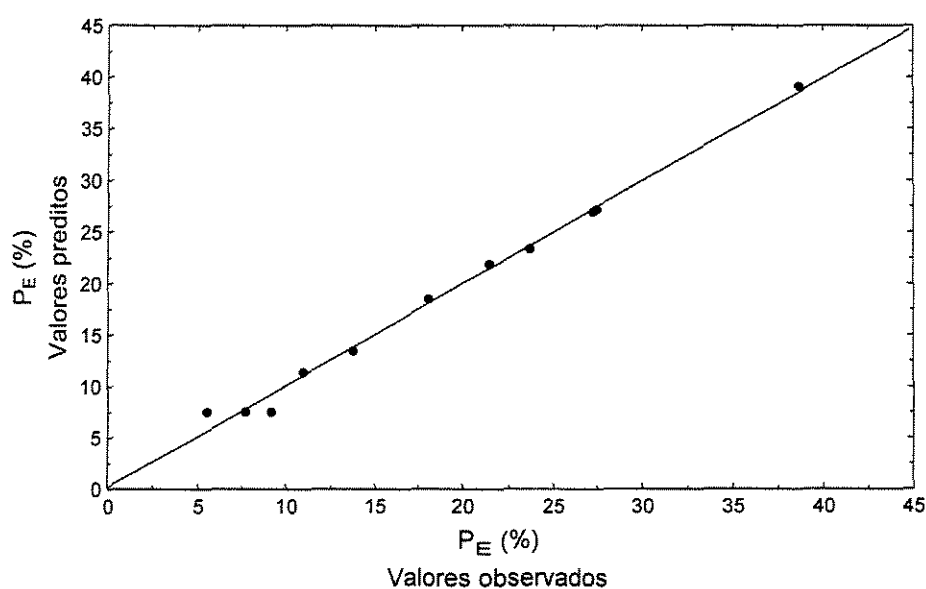


Figura 5.4 - Comparação dos valores experimentais de P_E com os preditos pela Equação 5.2.

5.2.1.4 MODELO PARA AS PERDAS POR ADERÊNCIA ÀS PAREDES DO LEITO

O modelo para as perdas de materiais por aderência às paredes do leito que apresentou o maior valor de R^2_{ajustado} (85,86 %) foi gerado desconsiderando-se os efeitos de interação 13 e 23 e também o efeito da curvatura (ver Tabela 5.10). A equação gerada pelo modelo é:

$$P_{AL} = -334,595 + 61,41 Q_s + 18,75 C_s + 6,9155 T_e - 1,2555 Q_s T_e - 3,38 Q_s C_s - 0,374 C_s T_e + 0,069 Q_s C_s T_e \quad (5.3)$$

Essa equação, ao contrário das anteriores, não leva em consideração o efeito da curvatura, pois a relação linear foi mais representativa entre as variáveis independentes e as respostas observadas.

A análise de variância apresentada na Tabela 5.10 mostra que o modelo é significativo, apresentando F calculado de aproximadamente 2,6 vezes o valor de F tabelado em 5 % de probabilidade. Não há evidência de falta de ajuste para o modelo.

Tabela 5.10 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados da perda material por aderência às paredes do leito.

Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	F _{5%}	Significância
Modelo	5	165,81	33,162	13,16	5,05	Significativo
(1) = Q_s	1	12,50	12,50	4,96	6,61	-
(2) = T_e	1	21,13	21,13	8,38	6,61	Significativo
(3) = C_s	1	11,04	11,04	4,38	6,61	-
12	1	25,92	25,92	10,29	6,61	Significativo*
123	1	95,22	95,22	37,79	6,61	Significativo*
Falta de ajuste	3	5,77	1,92	0,56	19,16	-
Resíduo	5	12,62	2,52			
Erro puro	2	6,85	3,42			
Total	10	178,43				

$$R^2 = 92,93 \%$$

$$R^2_{\text{ajustado}} = 85,86 \%$$

* Os efeitos da temperatura de entrada (T_e) e da interação 12 passaram a ser significativos após a escolha do melhor modelo pelo maior R^2_{ajustado}

Com base na margem do erro experimental que foi de 1,59, o equivalente a 13 % em torno da média dos valores observados, o modelo pode ser utilizado, tendo como referência os modelos para a eficiência e para as perdas por elutriação.

A Figura 5.5 apresenta o gráfico dos valores observados contra os valores preditos pela Equação 5.3.

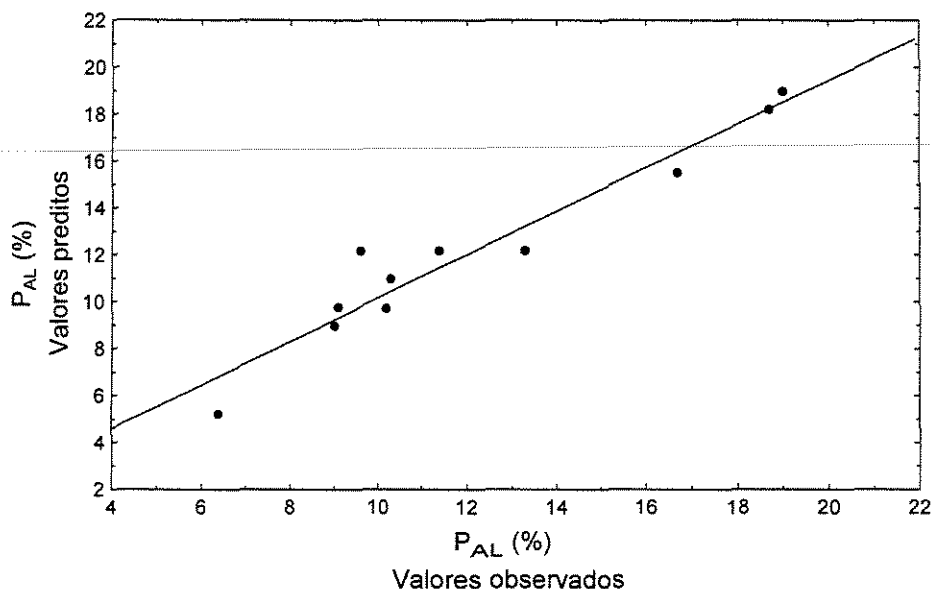


Figura 5.5 - Comparação dos valores experimentais de P_{AL} com os preditos pela Equação 5.3.

Em relação às perdas materiais por aderência ao corpo do bico atomizador (P_{AB}), nenhum modelo mostrou-se significativo para esta resposta.

5.2.1.5 OTIMIZAÇÃO DAS VARIÁVEIS INDEPENDENTES

Com os modelos estatísticos obtidos e com o auxílio da “Função Desejabilidade Global”, gerada no planejamento experimental através do programa “STATISTICA for Windows” (StatSoft, Inc., 1984-2003), foi feita uma otimização numérica para estimar as melhores condições de operação do processo de peletização nos intervalos das variáveis independentes utilizadas.

A Função Desejabilidade é utilizada para otimizar as respostas do planejamento fatorial e envolve a transformação das variáveis dependentes estimadas pelos modelos estatísticos em valores desejados entre 0 e 1 (Harrington, 1965). A resposta transformada em 0 representa um valor completamente indesejado e a resposta transformada em 1

representa o valor mais desejado. Outras considerações sobre a Função Desejabilidade encontram-se no Anexo C.

A otimização foi feita apenas para o modelo da eficiência do processo, visto que o programa otimiza simultaneamente apenas modelos que levam em consideração os mesmos efeitos das variáveis independentes, o que não é o caso dos modelos gerados aqui.

Assim sendo, gerou-se o diagrama da Função Desejabilidade (Figura 5.6) para o modelo da eficiência e, no mesmo diagrama as respostas para P_E e P_{AL} preditas pelos seus respectivos modelos, dentro da faixa de valores observada nos ensaios experimentais.

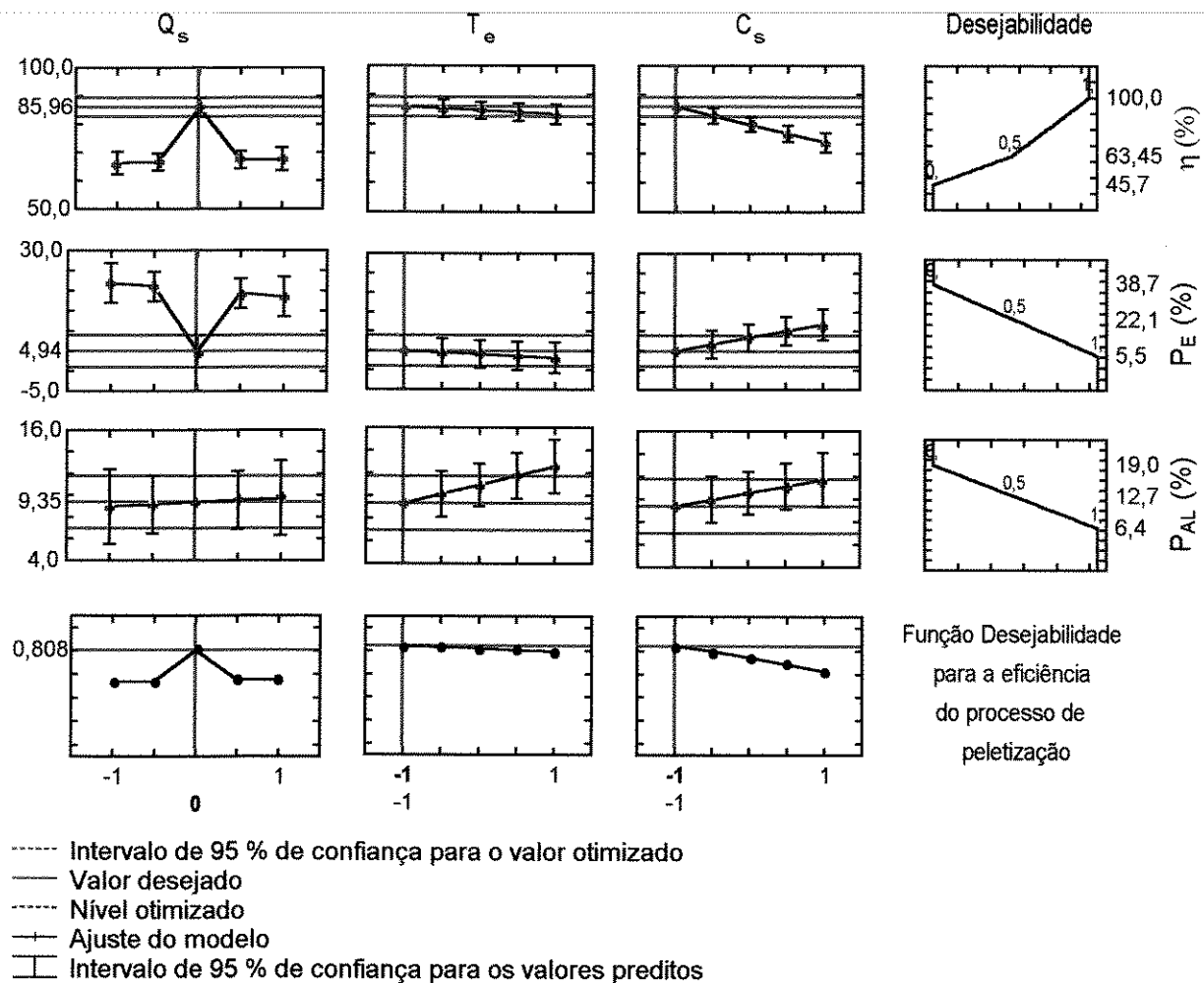


Figura 5.6 – Função Desejabilidade e otimização da eficiência do processo de peletização.

O diagrama mostra que a Função Desejabilidade obteve o valor otimizado em 0,808, o equivalente a 85,96 % para eficiência nas condições de nível médio para a vazão

de suspensão, mínimo para a temperatura do ar de entrada e mínimo para a concentração da suspensão.

Uma análise física demonstra que os resultados são esperados. Observando a primeira coluna do diagrama da Figura 5.6, nota-se que em vazões de suspensão mais baixas a eficiência do processo tende a diminuir, já que as perdas por elutriação tendem a aumentar, provavelmente porque vazões mais baixas promovem um menor contato das gotas atomizadas com as partículas.

Da mesma forma, operando em vazões mais altas, a eficiência também tende a ser baixa, já que, além das perdas por elutriação, as perdas materiais por aderência às paredes do leito também tendem a aumentar. A isto pode-se atribuir ao fato de que os desvios do leque de pulverização são agravados em relação à vazões menores. Operando nessas condições, ou seja, em vazões de suspensão mais altas, os ensaios apresentaram um maior umedecimento das partículas, o que implicou em maiores taxas de aumento da vazão do ar para manter o jorro estável, e conseqüentemente, implicou em maiores perdas por elutriação. Era de se esperar portanto, um valor intermediário da vazão de suspensão para otimizar o processo.

A segunda coluna do diagrama mostra que o aumento da temperatura provocou leves reduções para a eficiência e para as perdas por elutriação e aumentos para as perdas materiais por aderência às paredes do leito (resultados pouco significativos, conforme a Figura 5.2).

Em temperaturas mais altas, era de se esperar que a eficiência do processo diminuísse, já que a secagem das gotas atomizadas poderia ocorrer antes do contato com as partículas. Entretanto as menores perdas por elutriação, ao contrário de maiores como eram de se esperar, podem ser atribuídas à eventuais desvios do leque de pulverização, provocados ou pelos entupimentos ou por erros operacionais cometidos durante o desmonte do sistema de atomização para a limpeza do bico, o que pode ter acarretado em maiores perdas por aderência às paredes do leito.

A terceira coluna do diagrama da Figura 5.6 mostra também resultados esperados, visto que uma maior concentração de sólidos em suspensão promoveu uma maior quantidade de sólidos pulverizados em um menor intervalo de tempo, comparado a ensaios

contendo uma menor concentração de sólidos. Conseqüentemente, exigiu-se maiores taxas de aumento da vazão do ar de jorro para manter a estabilidade, provocando maiores perdas por elutriação, portanto, resultando em processos menos eficientes. Esta maior quantidade de sólidos pulverizados provocou maiores desvios do leque de pulverização, resultando em maiores perdas materiais por aderência às paredes do leito (efeito pouco significativo – ver Figura 5.2).

Todas as respostas foram preditas dentro dos limites desejados que foram 45,7 % e 100 % para a eficiência do processo (que são, respectivamente, o menor valor observado nas respostas e o valor máximo desejado); 5,5 % e 38,7 % para as perdas por elutriação (que são, respectivamente, o menor e o maior valor observados); e para as perdas por aderência, os limites foram 6,4 % que foi o menor valor observado e 19 % que foi o maior valor observado entre as respostas.

Nas melhores condições obtidas para a eficiência, o modelo das perdas por elutriação prevê 4,94 % de perdas e o modelo das perdas por aderência às paredes prevê 9,35 % de perdas.

Para mostrar mais claramente as tendências, apresentam-se na Figura 5.7, as superfícies de respostas para a Função Desejabilidade da eficiência do processo.

O diagrama da Figura 5.6 e as superfícies de respostas da Figura 5.7 mostram claramente o comportamento das variáveis independentes em relação às respostas. Observa-se que a vazão de suspensão foi o único fator que não apresentou-se linear com a eficiência e com as perdas por elutriação, confirmando os diagnósticos feitos anteriormente.

O valor ótimo da Função Desejabilidade de 0,808, correspondente a 85,96 % para a eficiência do processo, pode ser rastreado deslocando-se as regiões experimentais para valores médios de Q_s , menores valores de C_s e menores valores de T_e , através das superfícies de respostas apresentadas na Figura 5.7.

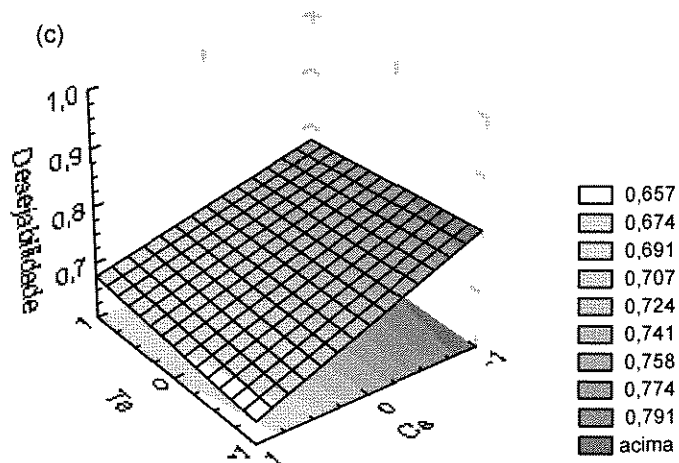
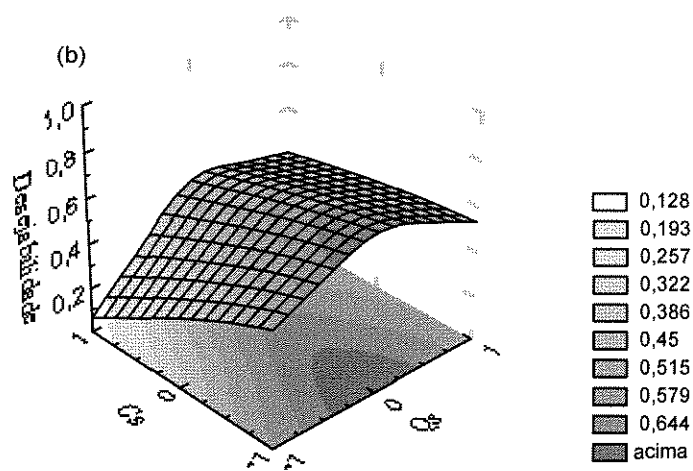
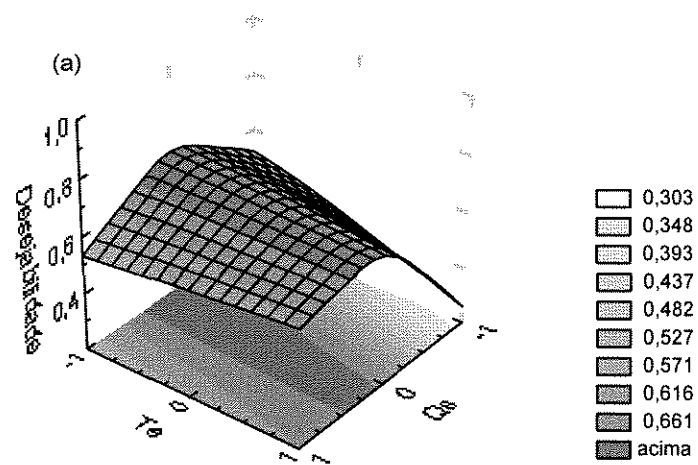


Figura 5.7 – Superfícies de respostas para a Função Desejabilidade da eficiência do processo de peletização.

5.2.2 CRESCIMENTO DOS PÉLETES

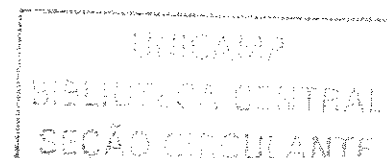
As condições operacionais e os resultados experimentais obtidos para o aumento de massa (k_m) e para o aumento de tamanho (k_d) dos péletes produzidos encontram-se na Tabela 5.11.

Tabela 5.11 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para estudar o efeito das condições operacionais sobre o crescimento das partículas.

Ensaio	Q_s	T_e	C_s	$K_m (-)$	$k_d (-)$
1	1	1	1	1,64	1,40
2	1	1	-1	2,42	1,48
3	1	-1	1	1,32	1,30
4	1	-1	-1	1,75	1,37
5	-1	1	1	1,06	1,18
6	-1	1	-1	1,52	1,35
7	-1	-1	1	1,27	1,30
8	-1	-1	-1	2,05	1,40
9	0	0	0	2,53	1,56
10	0	0	0	2,58	1,54
11	0	0	0	2,51	1,59

Com base nesta tabela, avaliou-se o efeito das variáveis independentes sobre k_m e k_d . A taxa de crescimento de massa, k_1 , está relacionada com os aumentos de massa pela relação $k_1 = k_m/t_{at}$. Os efeitos sobre essa taxa não podem ser avaliados porque o tempo de atomização não foi incluído no planejamento fatorial.

Seguindo o procedimento usual, foi desenvolvido um modelo estatístico para k_m e k_d , avaliando-se a linearidade entre as variáveis. A otimização foi feita com base na análise de superfícies de respostas e com o auxílio da Função Desejabilidade.



5.2.2.1 INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS INDEPENDENTES

Os diagramas Pareto para o aumento de massa e aumento de tamanho dos péletes produzidos nos ensaios de peletização apresentam-se na Figura 5.8 e a tabela de estimativa dos efeitos das variáveis independentes sobre as respostas de interesse encontra-se no Apêndice B, nas Tabelas B5 e B6.

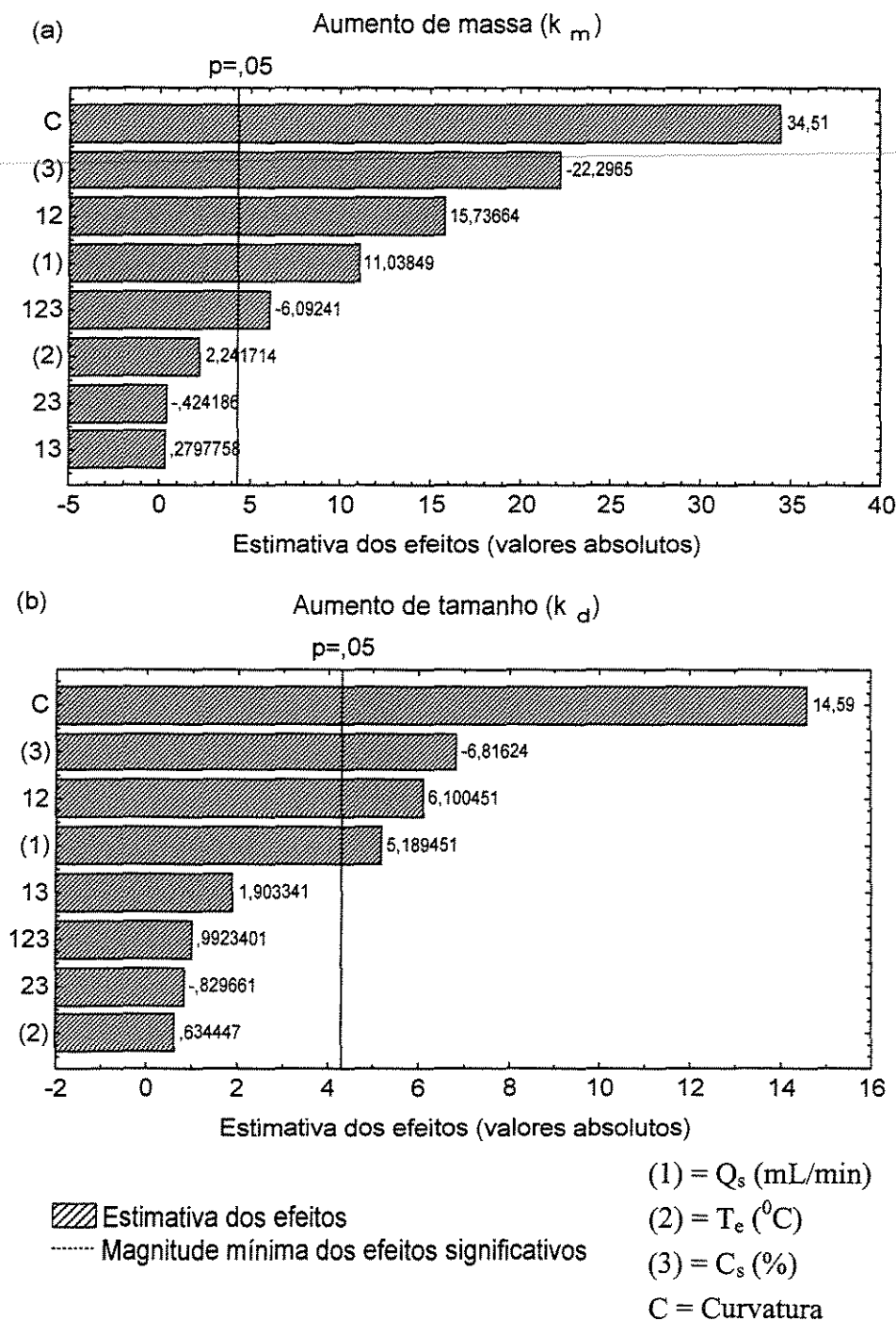


Figura 5.8 – Diagramas de Pareto dos efeitos padronizados sobre o aumento de massa e de tamanho dos péletes produzidos.

O diagrama de Pareto evidencia uma interdependência entre k_m e k_d , uma vez que os efeitos significativos das variáveis independentes apresentam muita semelhança entre as duas respostas. O efeito da curvatura, por exemplo, influenciou fortemente as duas variáveis dependentes. Em seguida, para ambos os casos, o efeito da concentração de sólidos, depois o efeito de interação entre a vazão de suspensão e a temperatura do ar de entrada, e por último o efeito significativo da vazão de suspensão. Estes resultados eram esperados, visto que um aumento de massa implica num aumento de tamanho.

A diferença entre os resultados, embora menos significativa, se deve ao efeito triplo sobre o aumento de massa. Este assunto entretanto será melhor tratado no tópico sobre a uniformidade dos produtos, relativo às reproduções das distribuições log-normal da massa e do tamanho dos péletes produzidos em relação às sementes despeletizadas.

A análise por enquanto, baseia-se na influência dos efeitos de forma individual e na proposta de modelos estatísticos. O efeito da curvatura demonstrou-se mais uma vez bastante significativo, indicando a não-linearidade da vazão de suspensão sobre as respostas.

Estes resultados mostram que o crescimento das partículas é fortemente dependente das condições experimentais estudadas. Os resultados portanto, permitem dar continuidade ao estudo para o desenvolvimento de modelos para o aumento de massa e para o aumento de tamanho, seguindo os procedimentos descritos anteriormente. A análise física das tendências apresenta-se no item 5.2.2.4.

5.2.2.2 MODELO PARA O AUMENTO DE MASSA DOS PÉLETES

Seguindo os procedimentos descritos no Anexo B, o modelo para k_m , apresentando o maior valor de $R^2_{ajustado}$ (99,73 %) foi gerado desconsiderando-se o efeito das interações 13 e 23. O modelo gerado é representado pela equação:

$$k_m = 16,64433 - 2,1031 Q_s - 0,6266 C_s - 0,2615 T_e + 0,04358 Q_s T_e + 0,08395 Q_s C_s + 0,01007 C_s T_e - 0,00168 Q_s C_s T_e + curvatura \quad (5.4)$$

em que: $curvatura = 0$ para $4 \text{ mL/min} \geq Q_s \geq 8 \text{ mL/min}$

$curvatura = 0,9107$ para $4 \text{ mL/min} < Q_s < 8 \text{ mL/min}$

Essa equação leva em consideração o efeito da curvatura provocada exclusivamente pela variação de Q_s , e só pode ser utilizada nas condições especificadas. Para estimar a taxa de crescimento de massa, utiliza-se a relação $k_1 = k_m/t_{at}$.

A análise de variância apresentada na Tabela 5.12 mostra que o modelo é altamente significativo, apresentando F calculado de 49 vezes o valor de F tabelado no nível de 5 % de probabilidade. Não evidencia-se falta de ajuste para o modelo.

Tabela 5.12 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados do aumento de massa dos péletes produzidos.

Fonte de	GL	SQ	QM	F	F _{5%}	Significância
Modelo	5	1,3805	0,2761	306,78	6,26	Significativo
Curvatura	1	1,8096	1,8096	2010,67	7,71	Significativo
(1) = Q_s	1	0,1851	0,1851	205,67	7,71	Significativo
(2) = T_e	1	0,0076	0,0076	8,44	7,71	Significativo*
(3) = C_s	1	0,7552	0,7552	839,11	7,71	Significativo
12	1	0,3762	0,3762	418,00	7,71	Significativo
123	1	0,0564	0,0564	62,67	7,71	Significativo
Falta de ajuste	2	0,0004	0,0002	0,13	19,00	-
Resíduo	4	0,0034	0,0009			
Erro puro	2	0,0030	0,0015			
Total	10	3,1935				

$R^2 = 99,89 \%$
 $R^2_{ajustado} = 99,73 \%$

* O efeito (T_e) passou a ser significativo após a escolha do modelo pelo maior $R^2_{ajustado}$

O modelo portanto é útil para fins preditivos. O erro experimental foi de 0,03, o equivalente a 1,6 % em torno da média dos valores observados.

A Figura 5.9 apresenta o gráfico dos valores observados contra os valores preditos pela Equação 5.4, os quais apresentaram excelente concordância.

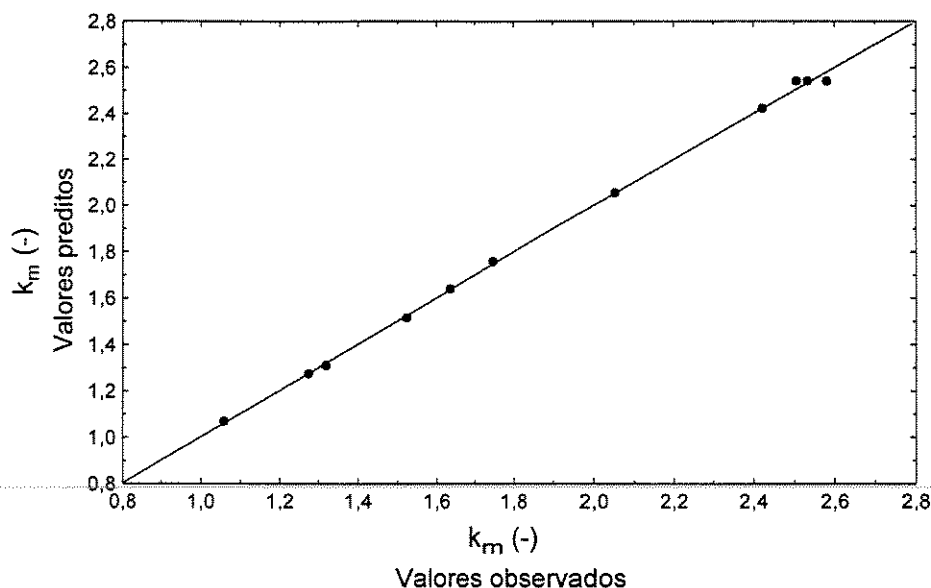


Figura 5.9 - Comparação dos valores experimentais de k_m com os preditos pela Equação 5.4.

5.2.2.3 MODELO PARA O AUMENTO DE TAMANHO DOS PÉLETES

O modelo para k_d , apresentando o maior valor de R^2_{ajustado} (97,54 %) foi gerado desconsiderando-se o efeito principal da temperatura do ar de entrada (T_e) e os efeitos das interações 123 e 23. O modelo gerado é representado pela seguinte equação:

$$k_d = 2,2726 - 0,1543 Q_s - 0,0176 C_s - 0,0141 T_e + 0,0029 Q_s C_s - 0,0023 T_e Q_s + \text{curvatura} \quad (5.5)$$

em que: $\text{curvatura} = 0$ para $4 \text{ mL/min} \geq Q_s \geq 8 \text{ mL/min}$
 $\text{curvatura} = 0,2148$ para $4 \text{ mL/min} < Q_s < 8 \text{ mL/min}$

Essa equação leva em consideração o efeito da curvatura provocada exclusivamente pela variação de Q_s , e só pode ser utilizada nas condições especificadas.

A análise de variância apresentada na Tabela 5.13 mostra que o modelo é bastante significativo, apresentando F calculado de aproximadamente 7 vezes o valor de F tabelado no nível de 5 % de probabilidade. Não há evidência de falta de ajuste para o modelo, sendo portanto útil para fins preditivos. O erro experimental foi de 0,02, o equivalente a 1,4 % em torno da média dos valores observados.

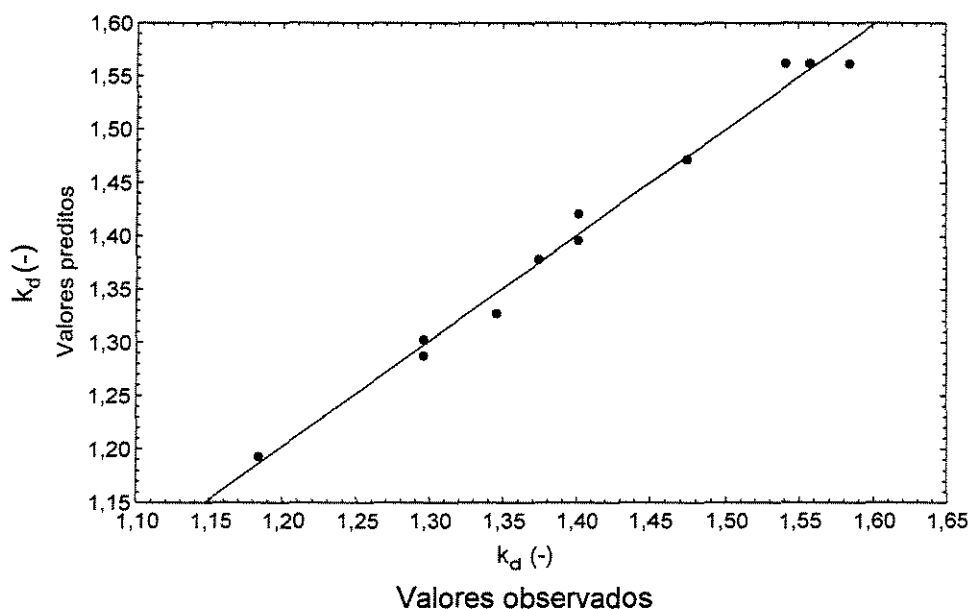
Tabela 5.13 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados do aumento de tamanho dos péletes produzidos.

Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	F _{5%}	Significância
Modelo	4	0,0539	0,0135	35,04	5,19	Significativo
Curvatura	1	0,1007	0,1007	261,45	6,61	Significativo
(1) = Q _s	1	0,0127	0,0127	33,04	6,61	Significativo
(3) = C _s	1	0,0219	0,0219	57,00	6,61	Significativo
12	1	0,0176	0,0176	45,66	6,61	Significativo
13	1	0,0017	0,0017	4,44	6,61	-
Falta de ajuste	3	0,0010	0,0003	0,67	19,16	-
Resíduo	5	0,0019	0,0004			
Erro puro	2	0,0009	0,0005			
Total	10	0,1565				

$$R^2 = 98,77 \%$$

$$R^2_{\text{ajustado}} = 97,54 \%$$

A Figura 5.10 apresenta o gráfico dos valores observados contra os valores preditos pela Equação 5.5.

Figura 5.10 - Comparação dos valores experimentais de k_d com os preditos pela Equação 5.5.

5.2.2.4 OTIMIZAÇÃO DAS VARIÁVEIS INDEPENDENTES

A “Função Desejabilidade” para o aumento de massa e de tamanho dos péletes apresenta-se na Figura 5.11. A otimização para o aumento de massa foi feita considerando-se uma eficiência de 100 %, o que resultaria em um valor de $k_m = 3$. Para o aumento de

tamanho, a otimização se deu entre o menor e o maior valor observado experimentalmente. O diagrama mostra que o valor ótimo para o aumento de massa, previsto pela Equação 5.4, é 2,88 gramas de revestimento por grama de sementes nuas, o equivalente a 0,91 da Função Desejabilidade. O valor ótimo foi obtido nos níveis médio para Q_s , superior para T_e e inferior para C_s .

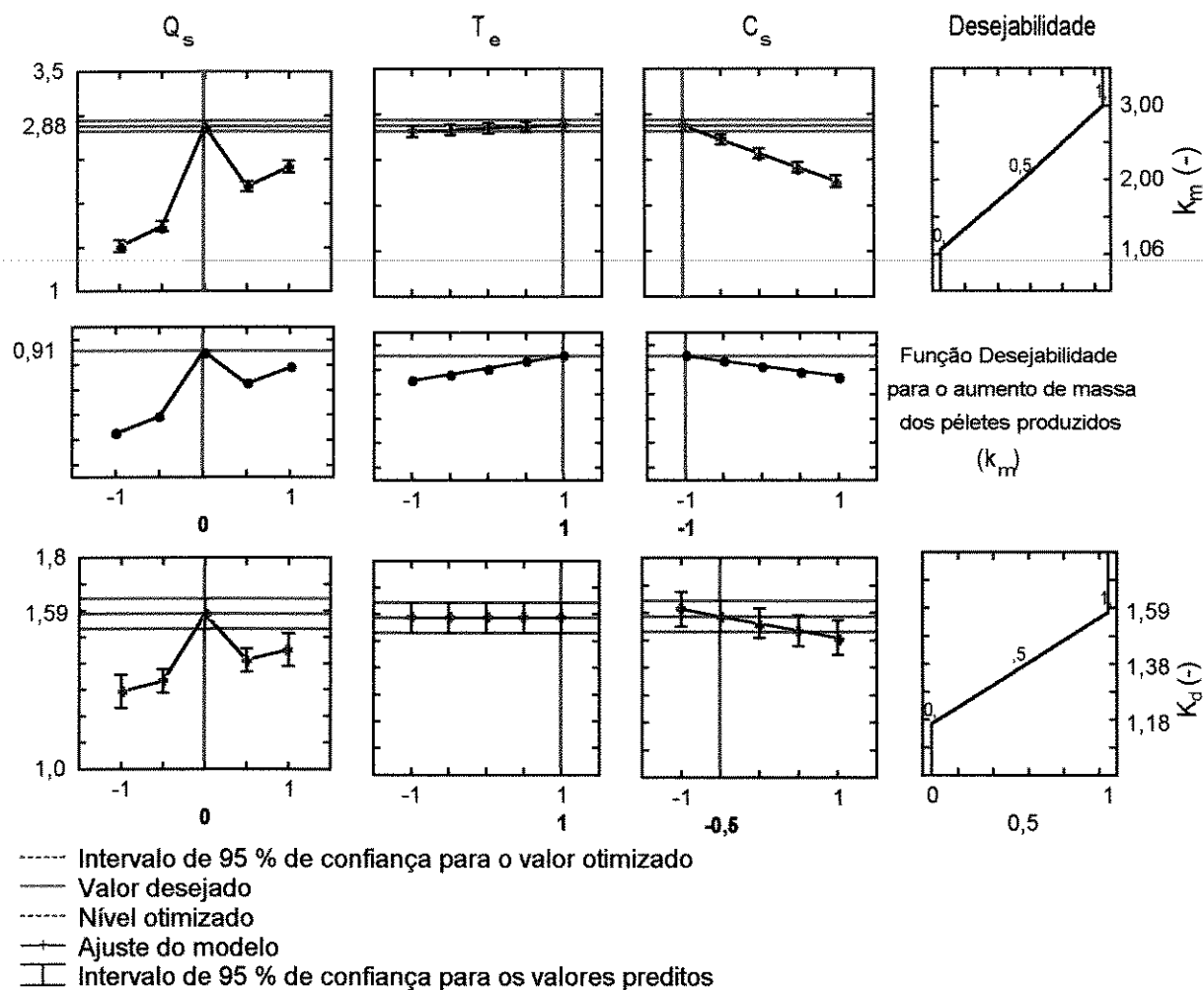


Figura 5.11 – Função Desejabilidade e otimização para o crescimento dos péletes produzidos.

A análise física das tendências observadas no diagrama da Figura 5.11 é equivalente à análise feita no item 5.2.1.5, referente às observações feitas para a eficiência, já que um processo mais eficiente implica num maior aumento de massa, que por sua vez implica num maior aumento de tamanho.

As respostas foram preditas dentro dos limites desejados que foram 1,06 (menor valor observado nas respostas) e 3 (valor desejado, tendo em vista que em cada ensaio

experimental atomizou-se 300 g de sólidos em suspensão para 100 g de sementes processadas).

A terceira linha do diagrama da Figura 5.11 mostra a predição do valor do aumento de tamanho pela Equação 5.5, tendo como valor máximo desejado o maior valor observado que foi de 1,59. Vê-se portanto que a Função Desejabilidade para este caso é igual a unidade, visto que o valor predito foi $k_d = 1,59$.

Este resultado foi obtido nos níveis médio para Q_s , superior para T_e e $-0,5$ para C_s . Observa-se ainda que a vazão de suspensão, como nos outros casos, foi o único fator que não apresentou-se linear com o aumento de massa. As tendências são melhor observadas através das superfícies de respostas apresentadas nas Figuras 5.12 e 5.13.

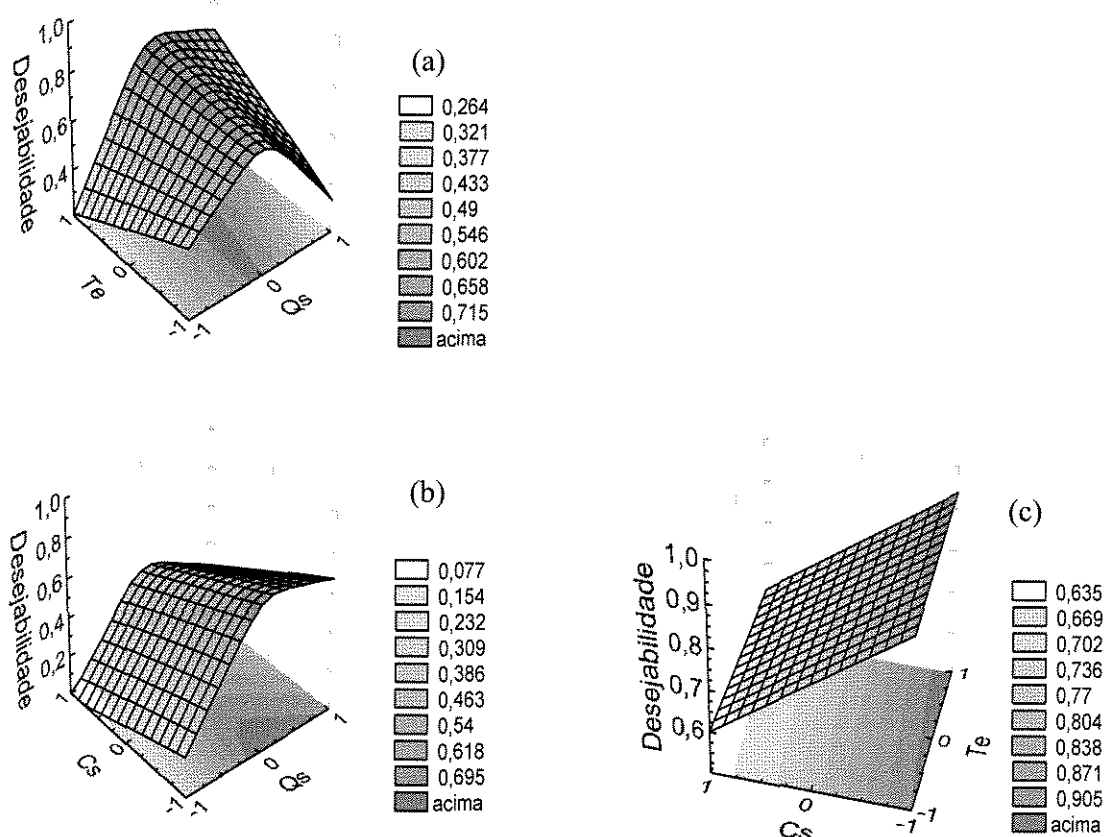


Figura 5.12 – Superfícies de respostas da Função Desejabilidade para o aumento de massa (k_m) dos péletes produzidos.

A faixa de valores otimizados para o aumento de massa e de tamanho dos péletes, correspondentes a valores próximos a unidade na Função Desejabilidade, são conseguidos

deslocando-se as regiões experimentais para valores médios de Q_s , menores valores de C_s e maiores valores de T_e .

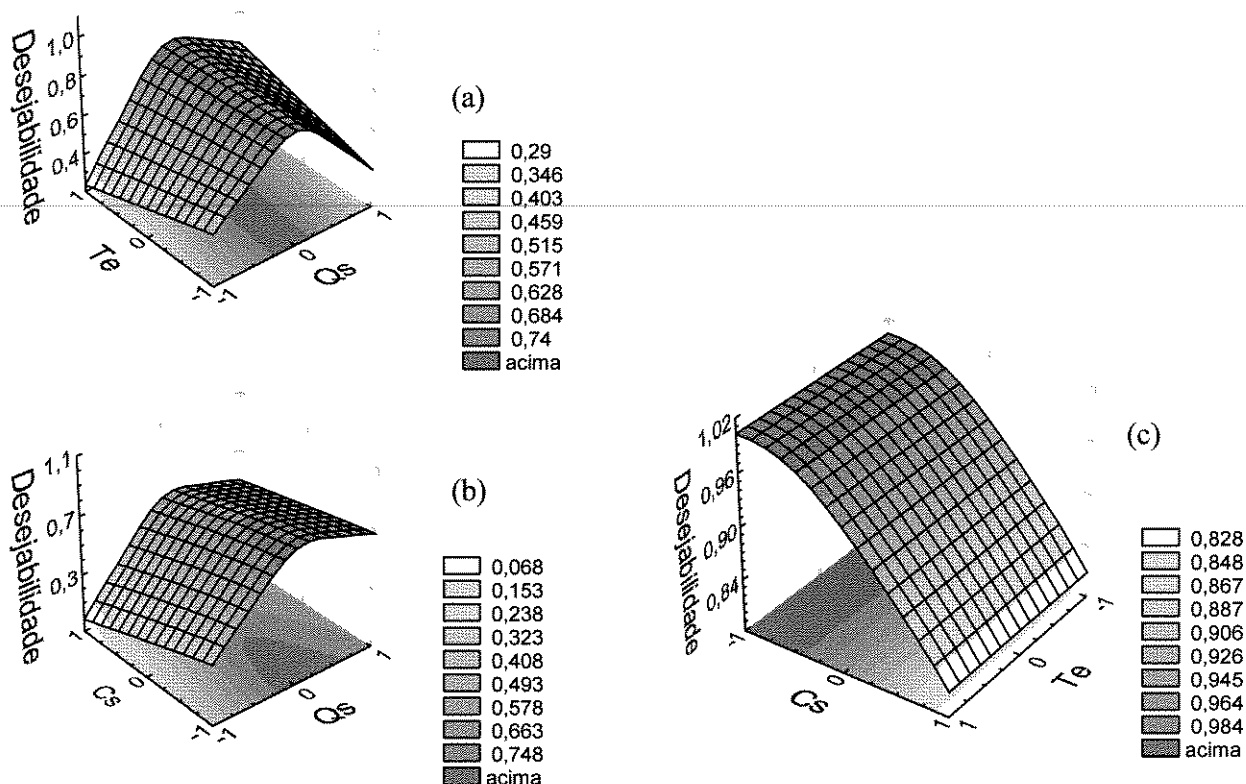


Figura 5.13 – Superfícies de respostas da Função Desejabilidade para o aumento de tamanho (k_d) dos péletes produzidos.

5.2.3 FLEXIBILIDADE DE OPERAÇÃO

Na prática, nem todos os níveis otimizados das variáveis independentes para a eficiência, ou para o crescimento dos péletes apresentaram uma maior flexibilidade operacional. Algumas corridas realizadas no nível inferior da concentração de sólidos em suspensão ou inferior da temperatura do ar de entrada, por exemplo, apresentaram dificuldades para a realização de um processo contínuo. O umedecimento excessivo ou secagem ineficiente causavam o colapso do jorro, forçando a repetição do ensaio. Da mesma forma, a vazão de suspensão em seu nível mais alto implicava algumas vezes em interrupções do processo para evitar o colapso.

Em algumas dessas condições, formavam-se grandes aglomerados, os quais se desenvolviam na superfície da região anular. Observou-se que algumas partículas circulavam entre a superfície do ânulo, entrando na região de jorro, depois passando pela região efetiva da atomização e caindo novamente sobre a superfície da região anular. Quando duas partículas colidiam para formar pontes líquidas, quatro possíveis fenômenos ocorriam:

- ou as pontes se quebravam, principalmente na entrada da região de jorro, permitindo o crescimento normal das partículas por camadas;
- ou mantinham-se coesas, formando aglomerados “gêmeos” e permanecendo assim até o final do processo;
- ou as partículas cresciam ainda mais formando novas pontes (aglomerados “múltiplos”) sem comprometer a estabilidade do jorro;
- ou, com menos frequência, os pequenos aglomerados formados deixavam de circular pela região de jorro, passando a flutuar sobre a superfície da região anular, crescendo até se tornarem “bolas de neve”. Assim, quando atingiam pesos consideráveis, precipitavam para o fundo do leito, causando o colapso do jorro.

A Figura 5.14 apresenta uma foto ilustrativa dos aglomerados indesejáveis formados durante o processo de peletização. Os ensaios comprometidos pela formação destes aglomerados eram repetidos, entretanto aqueles apresentando a formação de péletes “gêmeos” ou “múltiplos”, os quais não comprometiam a estabilidade do jorro, eram efetivados para o planejamento experimental, sendo registrada ao final do processo a porcentagem de aglomerados formados. No entanto, apenas os péletes “múltiplos” eram registrados, sendo a parcela de “gêmeos” negligenciada porque sua classificação por peneiras era impraticável.

A foto apresentada na Figura 5.14 mostra as sementes nuas ao centro e as setas indicam o tipo de aglomerado correspondente. Um outro fenômeno importante, observado principalmente nos níveis mais baixos da concentração de sólidos e da temperatura do ar de entrada, se deve ao umedecimento excessivo das partículas, provocando aglomeração em

grandes blocos até o colapso do jorro. Nestas condições, o processo era sucessivamente interrompido para permitir a secagem das partículas, evitando o iminente colapso.

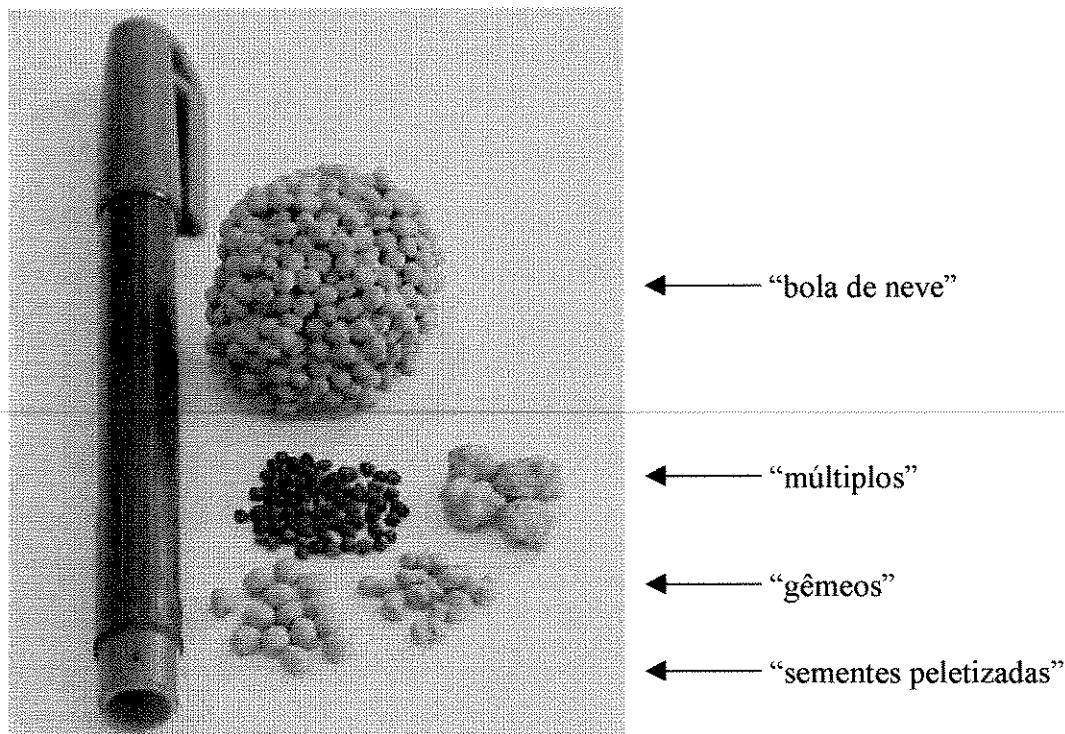


Figura 5.14 – Aglomerados indesejáveis formados durante o processo de peletização de sementes de brócolos.

Por analogia aos possíveis mecanismos sugeridos por Nienow (1995) e Cherif *et al.* (1996) durante o recobrimento em leitos fluidizados, elaborou-se um fluxograma (Figura 5.15) com a seqüência dos fenômenos observados durante os ensaios de peletização para a faixa de condições operacionais estudada.

Com a atomização da suspensão de peletização, parte dos sólidos, resultantes da pulverização, era elutriado, outra parte permanecia no leito aderindo-se às paredes e ao corpo do bico atomizador, e a outra parte era aderida às sementes pela colisão das partículas com as gotas atomizadas.

Em alguns casos, os materiais aderidos ao corpo do bico causaram entupimentos ou desvios do leque de pulverização e em outros, o acúmulo excessivo de materiais aderidos ao bico provocou a precipitação dos sólidos sobre a superfície da região anular, formando aglomerados indesejáveis, inclusive “bolas de neve”.

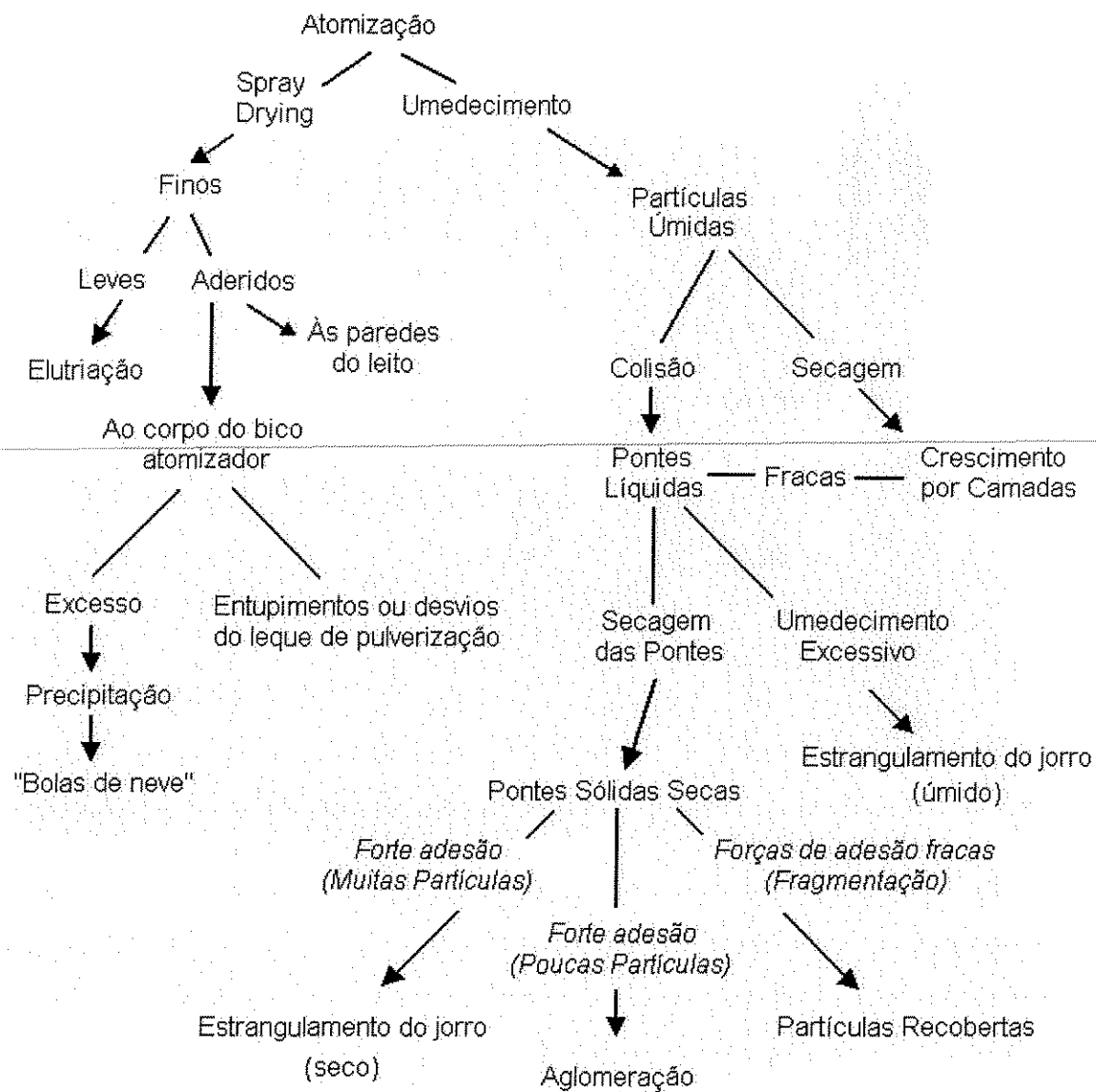


Figura 5.15 - Ocorrência dos fenômenos observados durante o processo de peletização de sementes de brócolos em leito de jorro convencional.

Quando a colisão ocorria com sucesso, as superfícies das partículas eram umedecidas pelas gotas atomizadas, permitindo o recobrimento por camadas. No entanto, quando pontes líquidas se formavam, causando aglomerados indesejáveis, o leito corria o risco iminente de entrar em colapso. Quando “bolas de neve” se formavam através de pontes sólidas secas, o colapso do jorro ocorria pela precipitação do aglomerado no fundo do leito, causando um estrangulamento a seco.

Por outro lado, quando ocorria excessivo umedecimento, as pontes líquidas causavam a formação de aglomerados em grandes blocos, causando um estrangulamento úmido, devido ao aumento de peso de todo o leito.

A flexibilidade de operação, portanto, foi estabelecida com base na ocorrência destes fenômenos. A umidade excessiva, por exemplo, foi evitada com interrupções no processo para permitir a secagem das partículas. Da mesma forma, os entupimentos e desvios do leque de pulverização foram evitados interrompendo-se o processo para a limpeza do bico atomizador.

Os parâmetros utilizados para avaliar o grau de dificuldade operacional do processo foram o tempo global relativo ao tempo de atomização (t_T/t_{at}), o número de intermitências (N_i), a porcentagem de aglomerados (A_g) e a taxa de aumento da vazão do ar de jorro (k_w), definida pela Equação 4.10. Os resultados encontram-se na Tabela 5.14.

Tabela 5.14 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para a otimizar as condições operacionais sobre a flexibilidade de operação para o processo de peletização de sementes de brócolos.

Ensaio	Q_s	T_j	C_s	t_T/t_{at} (-)	N_i (-)	A_g (%)	K_w (h ⁻¹)
1	1	1	1	1,1287	2	1,4	0,6337
2	1	1	-1	1,9971	126	3,8	0,5706
3	1	-1	1	2,5347	70	4,4	0,6733
4	1	-1	-1	2,5307	195	0,0	0,5991
5	-1	1	1	1,2699	4	0,0	0,2370
6	-1	1	-1	1,2152	6	0,0	0,2144
7	-1	-1	1	1,1356	5	0,0	0,3160
8	-1	-1	-1	1,3581	40	0,8	0,2573
9	0	0	0	1,0782	2	0,0	0,5328
10	0	0	0	1,0529	2	0,0	0,5074
11	0	0	0	1,0706	7	0,0	0,4820

Para encontrar as condições ótimas para a flexibilidade operacional, utilizou-se as Funções Desejabilidade para os modelos gerados para t_T/t_{at} , N_i e A_g . No entanto, não se discutiu o grau de ajuste para estes modelos, uma vez que as respostas para estes

parâmetros dependem do ponto de vista e da habilidade do operador. O interesse prático portanto, é apenas mostrar as tendências.

5.2.3.1 MODELO PARA A TAXA DE AUMENTO DA VAZÃO DO AR DE JORRO

O modelo para k_w , apresentando o maior valor de R^2_{ajustado} (98,52 %) foi gerado desconsiderando-se o efeito das interações 12, 13 e 123 (de acordo com os procedimentos descritos no Anexo B). A análise de variância apresentada na Tabela 5.15 mostra que o modelo proposto é altamente significativo, apresentando F calculado de 33 vezes o valor de F tabelado no nível de 5 % de probabilidade.

Tabela 5.15 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados da taxa de aumento da vazão do ar de jorro.

Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	F _{5%}	Significância
Modelo	4	0,2740	0,0686	171,44	5,19	Significativo
Curvatura	1	0,0106	0,0106	26,50	6,61	Significativo
(1) = Q_s	1	0,2635	0,2635	658,75	6,61	Significativo
(2) = T_e	1	0,0045	0,0045	11,25	6,61	Significativo
(3) = C_s	1	0,0060	0,0060	15,00	6,61	Significativo
23	1	0,0003	0,0003	0,75	6,61	-
Falta de ajuste	3	0,0008	0,0003	0,50	19,16	-
Resíduo	5	0,0021	0,0004			
Erro puro	2	0,0013	0,0006			
Total	10	0,2870				

$R^2 = 99,26 \%$
 $R^2_{\text{ajustado}} = 98,52 \%$

O modelo obtido é representado pela seguinte equação:

$$k_w = \frac{W_{gf}}{W_{gi} t_{at}} = -0,5498 + 0,0907 Q_s + 0,0227 C_s + 0,0046 T_e - 2,36 \cdot 10^{-4} C_s T_e + \text{curvatura} \quad (5.6)$$

em que: curvatura = 0 para $4 \text{ mL/min} \geq Q_s \geq 8 \text{ mL/min}$;
 curvatura = 0,0697 para $4 \text{ mL/min} < Q_s < 8 \text{ mL/min}$;
 W_{gf} = vazão mássica final do ar de jorro;
 W_{gi} = vazão mássica inicial do ar de jorro = $1,8 \cdot W_{jm}$;
 t_{at} = tempo total de atomização.

Essa equação leva em consideração o efeito da curvatura provocada exclusivamente pela variação de Q_s , e só pode ser utilizada nas condições especificadas.

Não há evidência de falta de ajuste, demonstrado na tabela ANOVA. O modelo portanto é útil para fins preditivos. O erro experimental foi de $0,02 \text{ h}^{-1}$, o equivalente a 4,4 % em torno da média dos valores observados. A Figura 5.16 apresenta o gráfico dos valores observados contra os valores preditos pela Equação 5.6, os quais apresentaram excelente concordância.

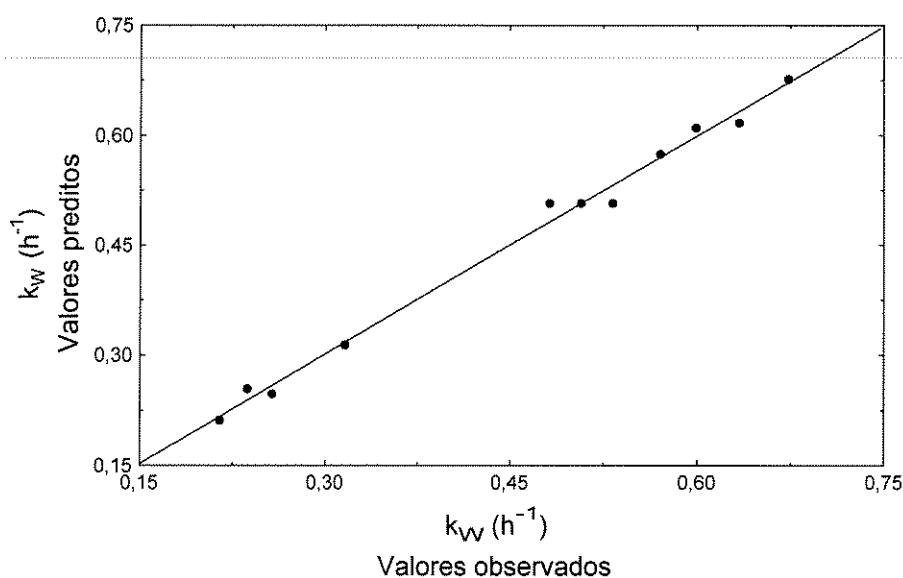


Figura 5.16 - Comparação dos valores experimentais de k_W com os preditos pela Equação 5.6.

5.2.3.2 OTIMIZAÇÃO DAS VARIÁVEIS INDEPENDENTES

A “Função Desejabilidade” para t_T/t_{at} , N_i e A_g , encontra-se na Figura 5.17. A otimização foi feita considerando-se o menor e o maior valor observado. Os modelos utilizados para a previsão das respostas levam em consideração todos efeitos principais e de interação das variáveis independentes e também o efeito da curvatura. Os valores numéricos para cada resposta otimizada foram negligenciados, pois trata-se apenas de uma análise qualitativa, com o objetivo de apresentar as tendências dos fatores para uma maior flexibilidade operacional.

Os valores ideais para flexibilizar as operações durante o processo de peletização de sementes de brócolos são $t_T/t_{at} = 1$, $N_i = 0$ e $A_g = 0 \%$, ou seja, com o tempo global igual

ao tempo de atomização, sem interrupções no processo e sem a formação de aglomerados. Observa-se na Figura 5.17 que para atingir tais condições ideais, é necessário operar nos níveis médios para a vazão de suspensão, e superiores para a temperatura do ar de entrada e concentração de suspensão.

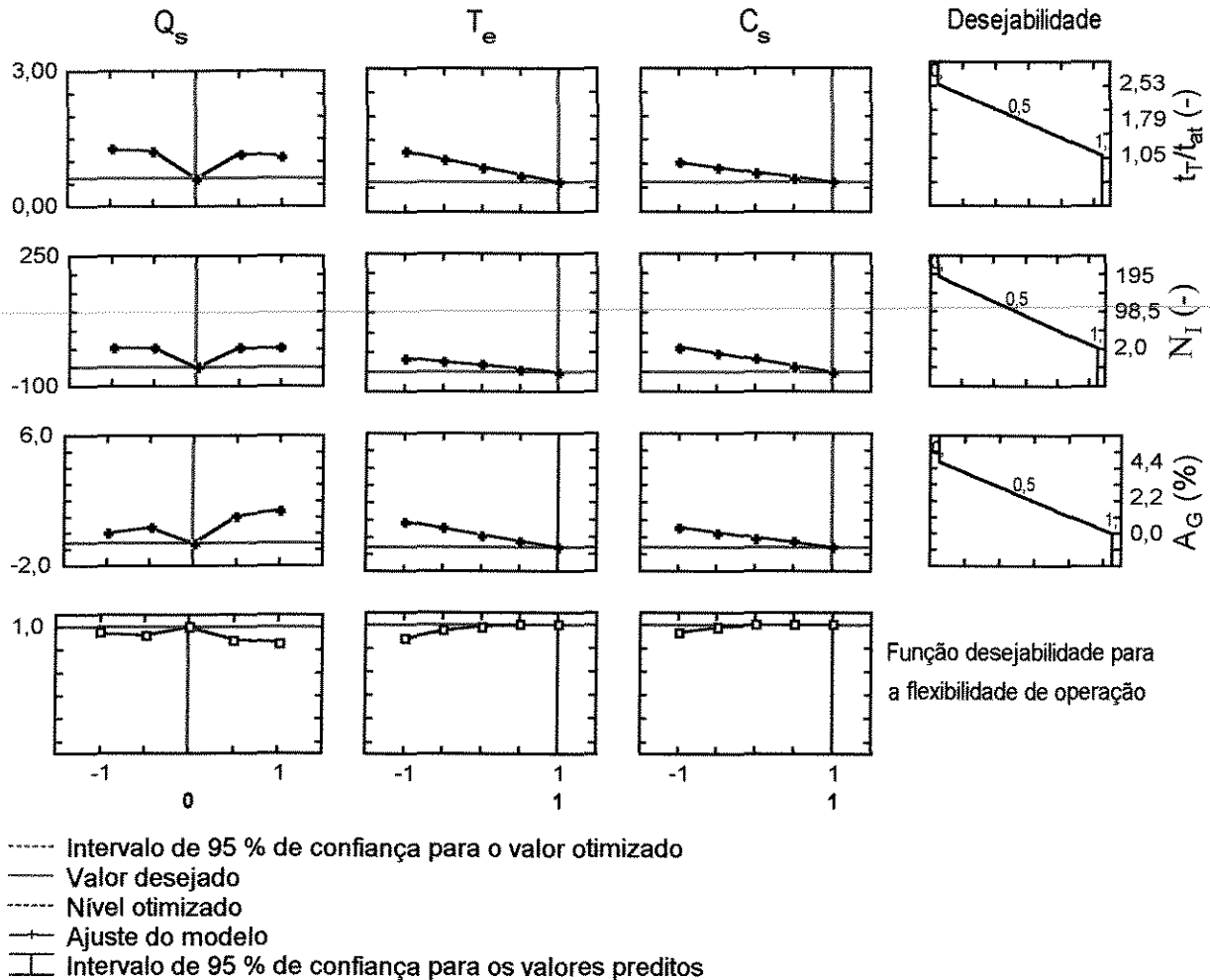


Figura 5.17 – Função Desejabilidade e otimização para a flexibilidade operacional.

Estes resultados são coerentes, tendo em vista as observações feitas durante os ensaios. Comparando os aqueles realizados nas vazões de suspensão no nível médio com os realizados nos limites superior e inferior, observou-se que as operações em vazões de suspensão mais altas implicaram na absorção dos materiais de revestimento num menor intervalo de tempo de atomização, exigindo um maior controle para evitar o umedecimento excessivo, e para vazões mais baixas, a absorção ocorreu num maior intervalo de tempo de atomização, exigindo um maior número de intermitências para permitir a limpeza do bico atomizador, resultando num maior tempo total de processo.

Da mesma forma, os ensaios em temperaturas de entrada de ar mais baixas que seu nível máximo apresentaram uma menor eficiência para a secagem das partículas, e os ensaios nos quais a concentração de sólidos na suspensão era mais baixa que seu nível máximo, apresentaram umedecimento maior das partículas, uma vez que a pulverização da suspensão ocorria com uma maior quantidade de água, juntamente com os sólidos em suspensão. Conseqüentemente, nestas condições exigia-se um maior controle, com um maior número de intermitências para evitar o estrangulamento do jorro.

Comparando as condições otimizadas para a flexibilidade de operação com aquelas obtidas para a eficiência do processo, chega-se a um consenso para a utilização da variável vazão de suspensão em seu nível médio. Quanto aos outros fatores, é preciso rever as melhores condições. Entretanto, ainda é necessário verificar a qualidade física e fisiológica das sementes peletizadas.

5.2.4 UNIFORMIDADE DOS PÉLETES

Os valores das massas e dos diâmetros das sementes peletizadas e despeletizadas para cada ensaio, bem como os valores dos desvios padrões das distribuições dos mesmos, encontram-se no Apêndice C1. A Figura 5.18 apresenta os gráficos das distribuições de tamanho e de massa dos péletes produzidos no primeiro ensaio experimental, os quais são representativos de todos os outros (apresentados no Apêndice C3). Os gráficos mostram que as distribuições dos péletes obtidos não reproduzem as distribuições iniciais, nem de tamanho nem de massa. Este mesmo comportamento foi observado por Kucharski e Kmiéc (1989) e Lehmann e Dreher (1981), os quais mostraram que o crescimento em um leito de jorro, não é uniforme para todas as partículas e que a distribuição de tamanho do produto final não se assemelha ao das partículas iniciais.

Os gráficos das distribuições de massa mostram uma maior inclinação das curvas obtidas para sementes peletizadas, evidenciando que as partículas maiores capturaram mais recobrimentos do que as partículas menores. Este comportamento é semelhante ao obtido por Iley (1991), que destacou a importância do controle da distribuição inicial dos tamanhos para evitar tal discrepância nos processos em leitos fluidizados. Acredita-se que por ação da gravidade, as partículas maiores, portanto as mais pesadas, movimentaram-se mais rapidamente nas regiões da fonte e anular do que as menores e, como consequência,

apresentaram mais ciclos, passando mais vezes pela região de atomização, promovendo o maior crescimento.

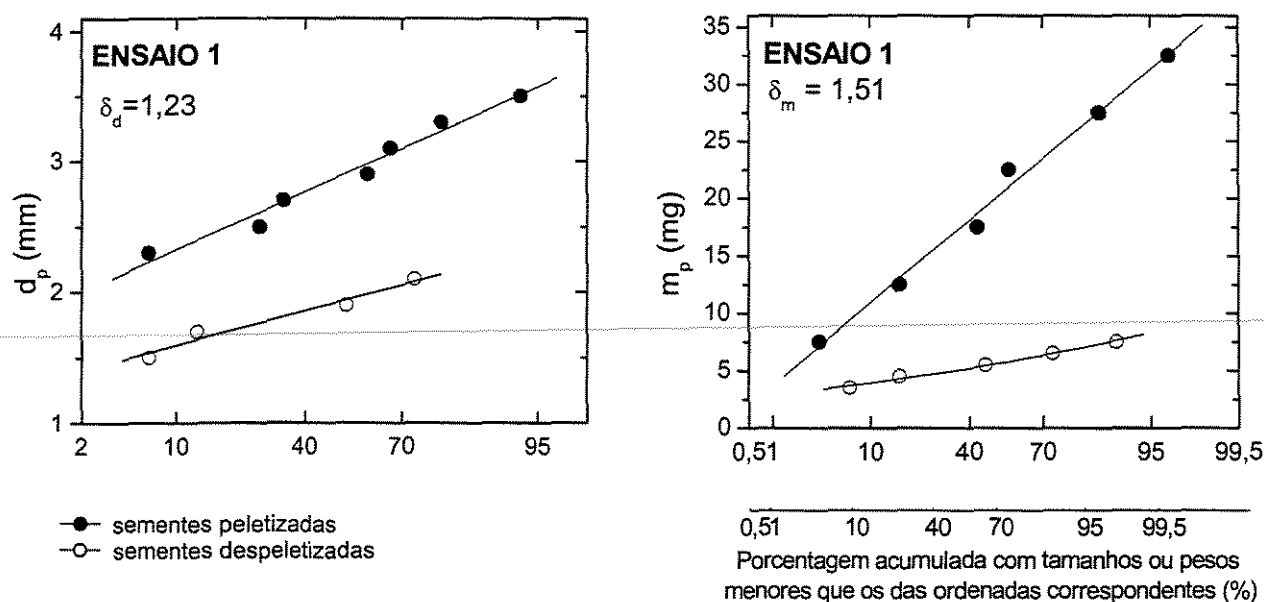


Figura 5.18 – Distribuição granulométrica e distribuição mássica das sementes peletizadas e despeletizadas.

5.2.4.1 INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS INDEPENDENTES

A Tabela 5.16 apresenta as condições operacionais e os resultados obtidos para a uniformidade de tamanho (δ_d) e de massa (δ_m) dos péletes produzidos.

Tabela 5.16 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para estudar o efeito das condições operacionais sobre a uniformidade dos péletes produzidos.

Ensaio	Q_s	T_e	C_s	δ_d (-)	δ_m (-)
1	1	1	1	1,23	1,51
2	1	1	-1	1,42	1,47
3	1	-1	1	1,77	1,87
4	1	-1	-1	1,09	1,08
5	-1	1	1	1,27	1,29
6	-1	1	-1	1,11	1,21
7	-1	-1	1	1,22	1,17
8	-1	-1	-1	0,94	1,17
9	0	0	0	0,89	1,27
10	0	0	0	1,17	1,28
11	0	0	0	1,07	1,15

Com base na Tabela 5.16, foram avaliados os efeitos das variáveis independentes sobre δ_d e δ_m . As tabelas de estimativa dos efeitos das variáveis independentes sobre as respostas de interesse, apresentam-se no Apêndice B, nas Tabelas B7. e B8. Os diagramas Pareto para a uniformidade de tamanho e de massa encontram-se na Figura 5.19.

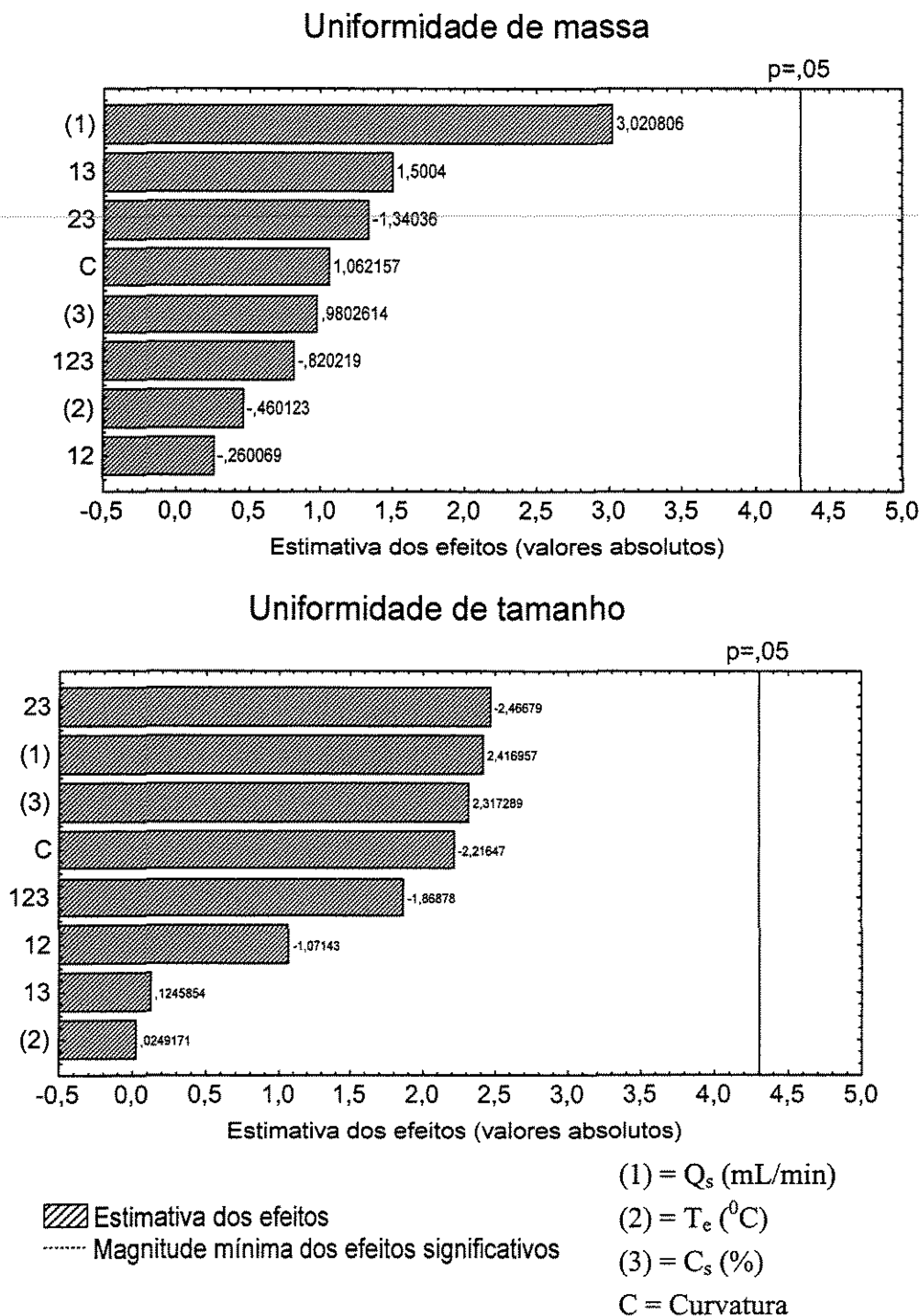


Figura 5.19 – Diagramas de Pareto dos efeitos padronizados sobre a uniformidade de massa e de tamanho para os p  letes produzidos.

Os diagramas Pareto da Figura 5.19 mostram resultados esperados, visto que as diferenças nas condições operacionais para cada ensaio podem produzir efeitos diferentes apenas para as quantidades de materiais aderidos às sementes, e não para as distribuições destes materiais. Acredita-se que a quebra dos péletes é um fator crítico durante a operação e que a distribuição inicial dos tamanhos é o parâmetro de maior influência. Acredita-se, portanto, que quanto maior for a distribuição inicial de tamanhos, menos reprodutível será sua distribuição final.

A ausência de efeitos das variáveis independentes, sobre a uniformidade de tamanho e de massa, torna inviável o desenvolvimento de modelos estatísticos, e não permite a otimização do processo para estas respostas.

5.2.5 ESFERICIDADE

A Tabela 5.17 apresenta os valores médios da esfericidade para as sementes peletizadas e despeletizadas em cada ensaio experimental.

Tabela 5.17 – Esfericidade das sementes peletizadas e despeletizadas.

Ensaio	ϕ (Peletizadas) (-)	ϕ (Despeletizadas) (-)
1	0,90 \pm 0,04	0,82 \pm 0,08
2	0,87 \pm 0,04	0,78 \pm 0,04
3	0,87 \pm 0,05	0,80 \pm 0,07
4	0,86 \pm 0,05	0,79 \pm 0,05
5	0,84 \pm 0,06	0,78 \pm 0,07
6	0,89 \pm 0,04	0,79 \pm 0,09
7	0,86 \pm 0,04	0,78 \pm 0,04
8	0,84 \pm 0,05	0,78 \pm 0,05
9	0,84 \pm 0,05	0,74 \pm 0,05
10	0,85 \pm 0,05	0,77 \pm 0,06
11	0,86 \pm 0,05	0,75 \pm 0,05

A esfericidade média para as sementes despeletizadas e peletizadas foi de 0,78 \pm 2,56 % e 0,86 \pm 2,32%, respectivamente (um aumento médio aproximado de 10,3 %). A variação, um pouco menor, para o desvio padrão da média da esfericidade das sementes

peletizadas, indica uma leve tendência ao nivelamento da esfericidade com o tempo de processo.

Para ilustrar, foi construído um gráfico dos valores médios da esfericidade de sementes peletizadas e despeletizadas para cada ensaio experimental (Figura 5.20).

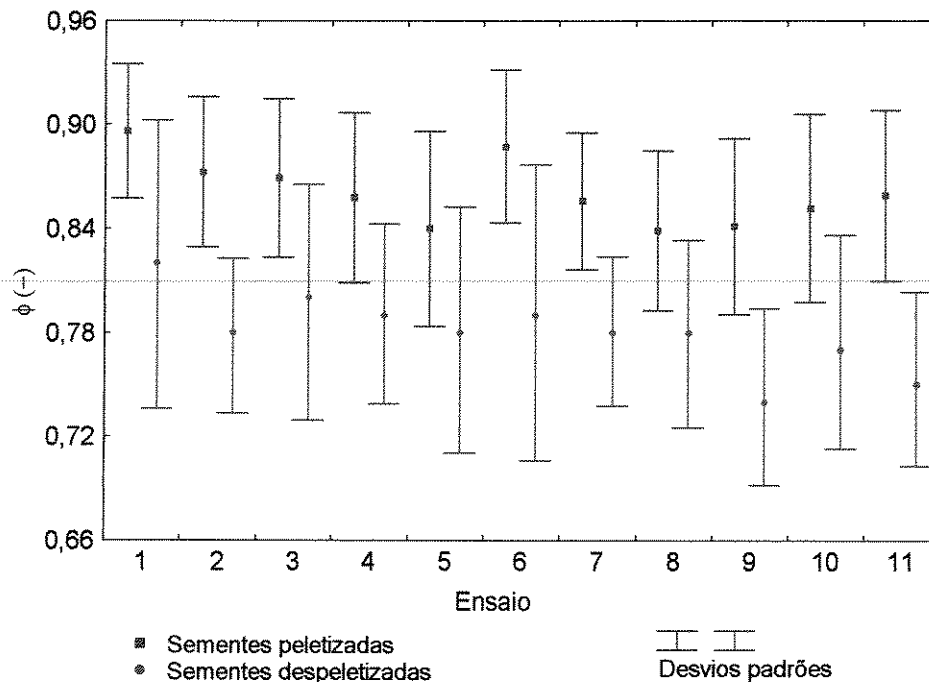


Figura 5.20 – Esfericidade média das sementes peletizadas e despeletizadas.

Os desvios padrões observados na Figura 5.20 são os desvios entre medidas individuais. Comparando os resultados para as sementes peletizadas e despeletizadas, observa-se, para quase todos os casos, uma amplitude um pouco maior dos desvios relativos às sementes despeletizadas, confirmando o diagnóstico feito anteriormente.

Observa-se também na Figura 5.20 um evidente aumento no nível de esfericidade para as sementes peletizadas, o que mostra uma adequada aplicabilidade dos materiais e do equipamento utilizado. A diferença entre os níveis de esfericidade, pode ser melhor observada em fotos tiradas das sementes “in natura” e processadas (Figura 5.21).

Na foto das sementes nuas, observa-se sementes com tamanhos e formatos variados, irregulares e algumas rugosas, enquanto que a foto das sementes peletizadas apresentam péletes com formatos muito mais regulares, apresentando superfícies menos ásperas.

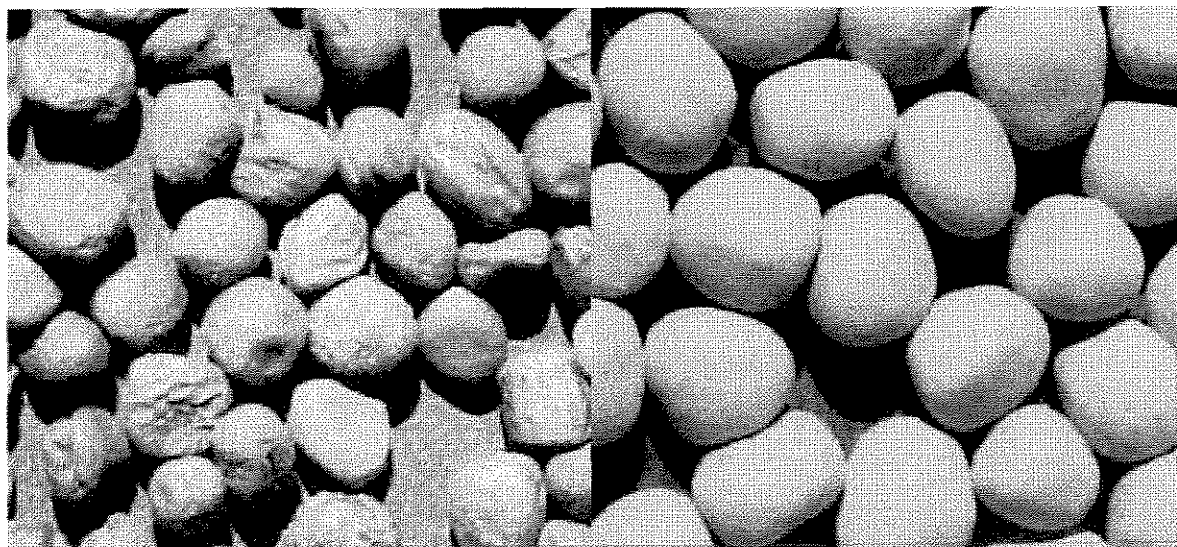


Figura 5.21 – Fotos das sementes “in natura” e peletizadas.

5.2.5.1 INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS INDEPENDENTES

Para verificar a influência das condições operacionais sobre a esfericidade dos péletes produzidos, utilizou-se a relação entre a esfericidade das sementes peletizadas e despeletizadas. As condições operacionais e os resultados experimentais obtidos encontram-se na Tabela 5.18.

Tabela 5.18 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para estudar o efeito das condições operacionais sobre a esfericidade dos péletes produzidos.

Ensaio	Q_s	T_e	C_s	$\frac{\phi_{pelet}}{\phi_{desp}}$ (-)
1	1	1	1	1,09
2	1	1	-1	1,12
3	1	-1	1	1,09
4	1	-1	-1	1,08
5	-1	1	1	1,07
6	-1	1	-1	1,12
7	-1	-1	1	1,10
8	-1	-1	-1	1,08
9	0	0	0	1,13
10	0	0	0	1,10
11	0	0	0	1,14

O diagrama Pareto para a esfericidade dos péletes produzidos encontra-se na Figura 5.22 e a tabela de estimativa dos efeitos das variáveis independentes sobre as respostas de interesse encontra-se no Apêndice B, Tabela B9.

O diagrama Pareto mostra ausência de efeitos das variáveis independentes sobre a esfericidade final. Assim sendo, torna-se inapropriado o desenvolvimento de modelos estatísticos, e otimização do processo para esta resposta. A esfericidade final, portanto, não depende das condições operacionais impostas ao presente trabalho. Acredita-se que seja basicamente dependente do tipo de material utilizado.

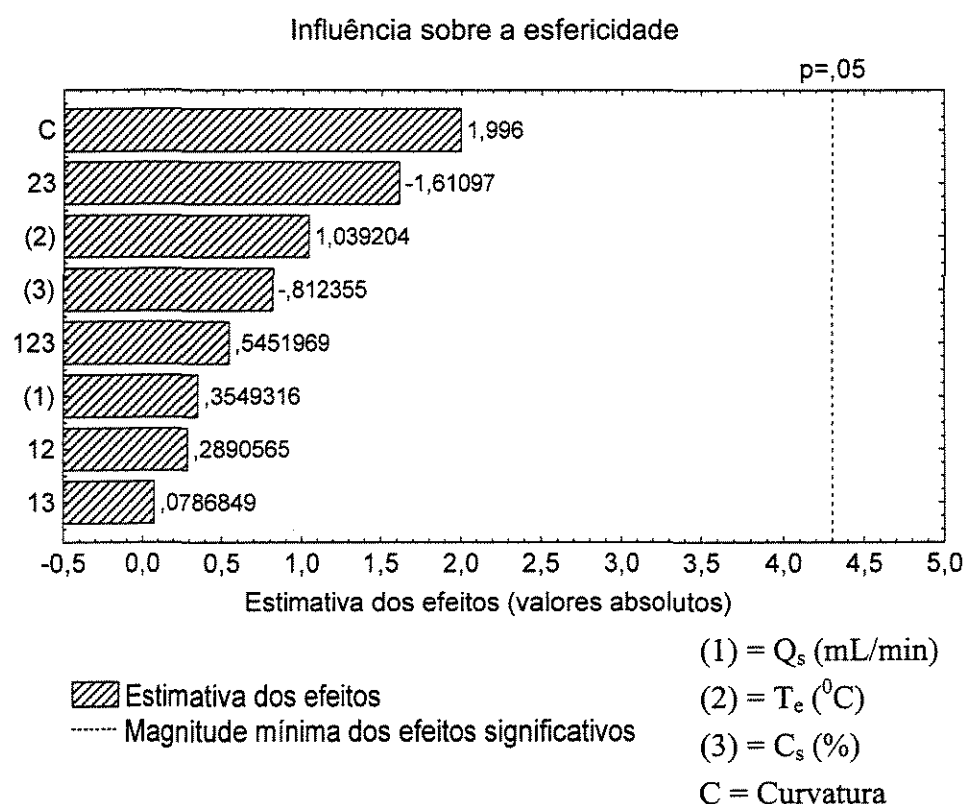


Figura 5.22 – Diagramas de Pareto dos efeitos padronizados sobre a esfericidade dos péletes produzidos.

5.2.6 QUALIDADE FISIOLÓGICA DAS SEMENTES PELETIZADAS

As condições operacionais e os resultados experimentais obtidos para a perda da qualidade das sementes peletizadas estão apresentados na Tabela 5.19. Para facilitar a análise do planejamento, a queda da germinação normal ($-\Delta G$) e a queda do vigor ($-\Delta V$) foram considerados nulos para os ensaios que apresentaram valores de germinação e vigor superiores aos valores iniciais apresentados na Tabela 4.1 (sementes do lote B). Da mesma

forma, os aumentos de plântulas anormais (ΔPA), e aumentos de sementes mortas (ΔM) foram considerados nulos para os casos em que seus respectivos valores foram inferiores aos valores iniciais apresentados na Tabela 4.1.

Tabela 5.19 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para estudar o efeito dos fatores sobre a qualidade fisiológica das sementes peletizadas.

Ensaio	Q_s	T_e	C_s	$-\Delta G$ (%)	$-\Delta V$ (%)	ΔPA (%)	ΔM (%)
1	1	1	1	0,0	0,0	0,0	0,0
2	1	1	-1	0,0	0,0	0,0	0,0
3	1	-1	1	0,0	0,0	0,6	0,0
4	1	-1	-1	0,0	0,0	0,0	0,0
5	-1	1	1	0,3	0,0	0,0	0,0
6	-1	1	-1	5,8	7,8	1,8	4,0
7	-1	-1	1	0,0	0,0	0,0	0,0
8	-1	-1	-1	0,0	0,0	0,0	0,0
9	0	0	0	0,0	0,0	0,0	0,0
10	0	0	0	0,0	0,0	0,3	0,0
11	0	0	0	0,0	0,0	0,0	0,0

Observa-se na Tabela 5.19 que a qualidade das sementes peletizadas foi preservada, exceto no ensaio 6 que apresentou uma queda de 5,8% para o vigor, 7,8% para a germinação, e um aumento de 1,8% de plântulas anormais e 4% de sementes mortas. Os resultados portanto, demonstram mais uma vez uma adequada aplicabilidade do leito de jorro no processo de peletização, e também uma adequada escolha dos materiais de revestimento.

Os resultados do vigor e germinação das sementes peletizadas nos experimentos inteiramente casualizados, foram submetidos à análise de variância. A comparação entre as médias dos resultados de cada ensaio foi realizada através do teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade, que como já foi dito, é um teste apropriado, talvez o melhor para este tipo de comparação (Gomes, 1987).

Para garantir a consistência dos resultados dos testes de germinação, foram registradas as tolerâncias máximas admitidas para os resultados relativos à cada uma das

repetições dos testes de germinação, obtidas de acordo com as Regras para Análise de Sementes (Brasil, 1992), no nível de 5% de probabilidade.

As Tabelas 5.20 e 5.21 apresentam respectivamente, os resultados referentes ao vigor e à germinação em cada ensaio experimental.

Tabela 5.20 – Análise de variância para os resultados do vigor das sementes peletizadas.

ENSAIO	VIGOR (%)				TUKEY	ANÁLISE DE VARIÂNCIA							
	Repetições				$\Delta = 10,3$ Média	Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	F _{1%}	F _{5%}	
1	84	94	80	94	88,0ab	Tratamentos	11	453,23	41,20	2,4	2,82	2,08	
2	87	93	90	90	90,0a	Resíduo	36	623,25	17,31				
3	86	91	92	90	89,8a	Total	47	1076,48					
4	84	94	91	95	91,0a	Em que:							
5	90	84	80	92	86,5ab	GL = Graus de Liberdade							
6	78	74	84	80	79,0b	SQ = Soma dos Quadrados							
7	88	92	92	92	91,0a	QM = Quadrado Médio							
8	88	94	94	82	89,5a	$F = \frac{QM(\text{tratamento})}{QM(\text{resíduo})}$							
9	92	86	84	91	88,3ab								
10	88	90	90	86	88,5ab	Δ = Diferença mínima significativa, calculada pelo teste							
11	92	86	90	88	89,0a	de Tukey no nível de 5 % de probabilidade.							
T*	85	84	87	91	86,8ab	* Testemunha							

a, b = Médias seguidas de mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey 5 %.

Em relação aos resultados do vigor das sementes peletizadas, observa-se que há diferenças significativas apenas no nível de 5% de probabilidade, visto que o valor de F calculado em 2,4 é maior que F_{5%} de 2,08 e menor que F_{1%} de 2,82. Para a germinação, as diferenças são mais significativas, sendo o valor de F calculado em 3,91, maior que F_{1%}.

As diferenças encontradas entre as repetições dos testes de germinação não são significativas no nível de 5% de probabilidade, visto que as variações máximas observadas são inferiores às tolerâncias máximas permitidas em cada ensaio, assegurando assim, a coerência nos resultados.

Através do teste de Tukey, no nível de 5% de probabilidade, foi identificado que a média do resultado do ensaio número 6 difere significativamente dos resultados dos ensaios 2,3,4,7,8 e 11, tanto para o vigor, quanto para a germinação. Entretanto, não difere da

média dos resultados para as sementes testemunhas. Este resultado adverso do ensaio 6, se deve ao longo tempo de processamento, 8,5 horas, na temperatura de 60 °C (ver Tabela 5.22), sendo o único ensaio submetido a essas condições. Apesar disto, os resultados dos ensaios restantes demonstram que os problemas a serem enfrentados durante o processo de peletização, relatados no item 5.1.2, foram superados, evidenciando que os choques das partículas foram evitados em tempo hábil, e que os péletes produzidos apresentam propriedades isolantes e não agem como barreira à difusão de oxigênio.

Tabela 5.21 – Análise de variância para a germinação das sementes peletizadas.

ENSAIO	GERMINAÇÃO (%)				TUKEY		TOLERÂNCIA	ANÁLISE DE VARIÂNCIA					
	Repetições				$\Delta = 8,17$		Variação Máxima	Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	F _{1%}
					Média	Obs. ¹	Aceit. ²						
1	86	94	84	94	89,5ab	10	11	Tratamentos	11	468,67	42,61	3,91	2,82
2	88	95	92	93	92,0a	7	10	Resíduo	36	392,00	10,89		
3	87	92	92	90	90,3a	5	12	Total	47	860,67			
4	90	98	90	97	93,8a	8	9	Em que:					
5	92	90	86	92	90,0ab	6	11	GL, SQ e QM (definidos na tabela anterior)					
6	84	78	84	82	82,0b	6	14	$F = \frac{QM(\text{tratamento})}{QM(\text{resíduo})}$					
7	92	96	92	94	93,5a	4	9	Δ = Diferença mínima significativa, calculada pelo teste de Tukey no nível de 5 % de probabilidade.					
8	92	94	98	92	94,0a	6	9	¹ Variação máxima observada entre as repetições.					
9	92	88	85	91	89,0ab	6	11	² Variação máxima aceitável (Brasil, 1992)					
10	88	92	92	86	89,5ab	4	11						
11	94	87	90	92	90,8a	7	10						
T*	85	85	88	93	87,8ab	8	12	* Testemunha					

a, b = Médias seguidas de mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey 5 %.

O êxito nestes resultados pode ser atribuído às propriedades isolantes térmicas dos materiais utilizados e da aderência destes materiais nas sementes em tempo hábil de processamento, evitando danos mecânicos. Porém, o evento mais importante é atribuído ao uso da argila bentonita que, em contato com água, as partículas se hidratam e expandem, resultando na ruptura da estrutura cristalina do mineral.

A quebra dos péletes após a hidratação é uma das opções de metodologia citada por Taylor *et al.* (1998) para superar o problema da germinação de sementes peletizadas, pois permite que a oxigenação da água atue diretamente sobre as sementes.

A Figura 5.23 mostra três tipos de péletes diferentes antes de serem hidratados (Figura 5.23a) e depois de hidratados (Figura 5.23b). Os péletes verde e vermelho foram obtidos junto à empresa INCOTEC (Integrated Coating and Seed Technology) e o pélete ao centro foi produzido em um dos ensaios de peletização.

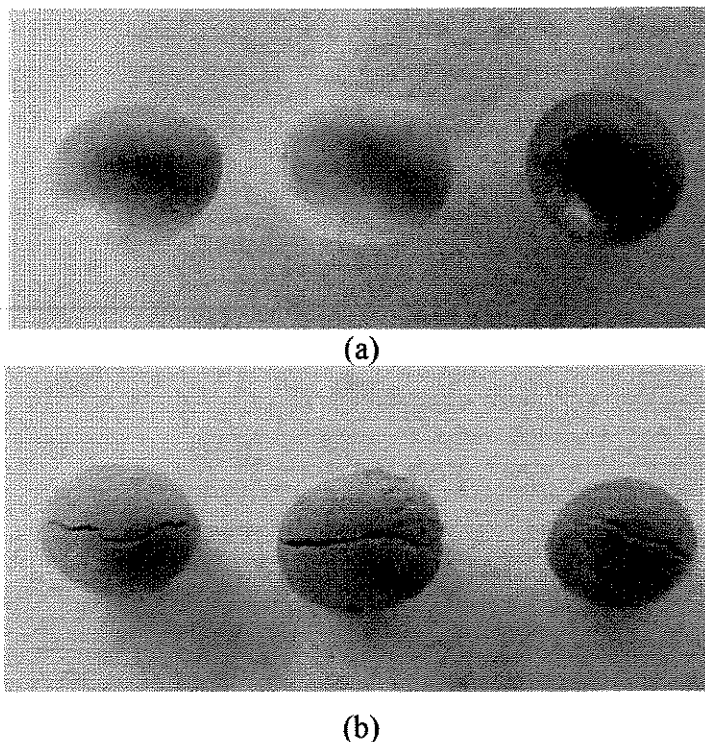


Figura 5.23 – Hidratação e quebra dos péletes.

Uma vez que a qualidade das sementes peletizadas foi preservada, com poucas variações, torna-se inviável o estudo da influência das variáveis independentes sobre esta resposta. Entretanto, para efeitos qualitativos, utilizou-se uma relação entre a qualidade final e inicial das sementes, através dos parâmetros $V_{\text{pélete}}/V_i$ e $G_{\text{pélete}}/G_i$, para recomendações de otimização através da modelagem estatística. As condições experimentais e os resultados obtidos encontram-se na Tabela 5.22, na qual são mostrados também o tempo global de processo (t_T) e o tempo de atomização (t_{at}) para cada ensaio.

Observa-se na Tabela 5.22 que os resultados do ensaio 6 foram os únicos que apresentaram valores de $V_{\text{pélete}}/V_i$ e $G_{\text{pélete}}/G_i$ abaixo da unidade, indicando que as sementes peletizadas neste ensaio, apresentaram qualidade fisiológica inferior às sementes “in natura” do lote inicial. Observa-se que neste ensaio, o tempo global de processo foi de 8,5 horas no nível mais alto da temperatura.

Nenhum outro ensaio produziu diminuição na qualidade das sementes, até mesmo no ensaio 2, no qual as sementes foram processadas durante 7 horas no nível mais alto da temperatura e difere do ensaio 6, apenas nos níveis de vazão de suspensão e no tempo de atomização. Deduz-se, portanto, que há um valor limite para o tempo de processo, situado entre 7 e 8,5 horas, operando no nível mais alto da temperatura, no qual as sementes produzidas preservam sua qualidade fisiológica.

Tabela 5.22 – Resultados do planejamento fatorial fracionado 2^3 com 3 corridas no ponto central para a otimizar as condições operacionais sobre a qualidade fisiológica das sementes peletizadas.

Ensaio	Q_s	T_e	C_s	t_T (h)	t_{at} (h)	$V_{pélete}/V_i$ (-)	$G_{pélete}/G_i$ (-)
1	1	1	1	2,85	2,53	1,01	1,02
2	1	1	-1	7,00	3,51	1,04	1,05
3	1	-1	1	6,40	2,53	1,03	1,03
4	1	-1	-1	8,87	3,51	1,05	1,07
5	-1	1	1	6,43	5,06	1,00	1,03
6	-1	1	-1	8,50	7,00	0,91	0,93
7	-1	-1	1	5,75	5,06	1,05	1,06
8	-1	-1	-1	9,50	7,00	1,03	1,07
9	0	0	0	4,25	3,94	1,02	1,01
10	0	0	0	4,15	3,94	1,02	1,02
11	0	0	0	4,22	3,94	1,03	1,03

5.2.6.1 MODELO LINEAR PARA $V_{pélete}/V_i$

O modelo estatístico para $V_{pélete}/V_i$ foi gerado no planejamento experimental, dentro do limite de confiança de 95%, de acordo com o procedimento descrito no Anexo B. Gerou-se uma equação apresentando um valor de $R^2_{ajustado}$ de 97,12 %, desconsiderando apenas o efeito da curvatura. O modelo é representado pela seguinte equação:

$$\frac{V_{pélete}}{V_i} = 2,1313 - 0,1425 Q_s - 0,0459 C_s - 0,0331 T_e + 0,0045 Q_s T_e + 0,0054 Q_s C_s + 0,0014 C_s T_e - 1,8 \cdot 10^{-4} Q_s C_s T_e \quad (5.7)$$

A análise de variância está apresentada na Tabela 5.23. Observa-se que o modelo proposto é significativo no nível de 5 % de probabilidade, pois apresenta F calculado mais de 5 vezes o valor de F tabelado. A falta de ajuste para o modelo não é significativa, pois o

valor de F_{ajuste} é muito menor que o tabelado, conforme a tabela ANOVA. O modelo apresenta um erro experimental muito baixo, com desvio padrão no valor de 0,0063 o equivalente a 0,62 % em torno da média dos valores observados.

Tabela 5.23 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados do vigor das sementes peletizadas.

Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	F _{5%}	Significância
Modelo	7	0,01449	0,00207	49,23	8,89	Significativo
(1) = Q_s	1	0,00251	208,08	59,70	10,13	Significativo
(2) = T_e	1	0,00497	6,48	118,10	10,13	Significativo
(3) = C_s	1	0,00047	93,85	11,08	10,13	Significativo
12	1	0,00268	147,92	63,64	10,13	Significativo
13	1	0,00268	25,21	63,64	10,13	Significativo
23	1	0,00054	506,30	12,82	10,13	Significativo
123	1	0,00066	57,24	15,66	10,13	Significativo
Falta de ajuste	1	0,00009	0,00009	5,31	18,51	-
Resíduo	3	0,00013	0,00004			
Erro puro	2	0,00003	0,00002			
Total	10	0,01462				

$$R^2 = 99,14 \%$$

$$R^2_{\text{ajustado}} = 97,12 \%$$

A Figura 5.24 apresenta o gráfico dos valores observados contra os valores preditos pela Equação 5.7, os quais apresentaram excelente concordância.

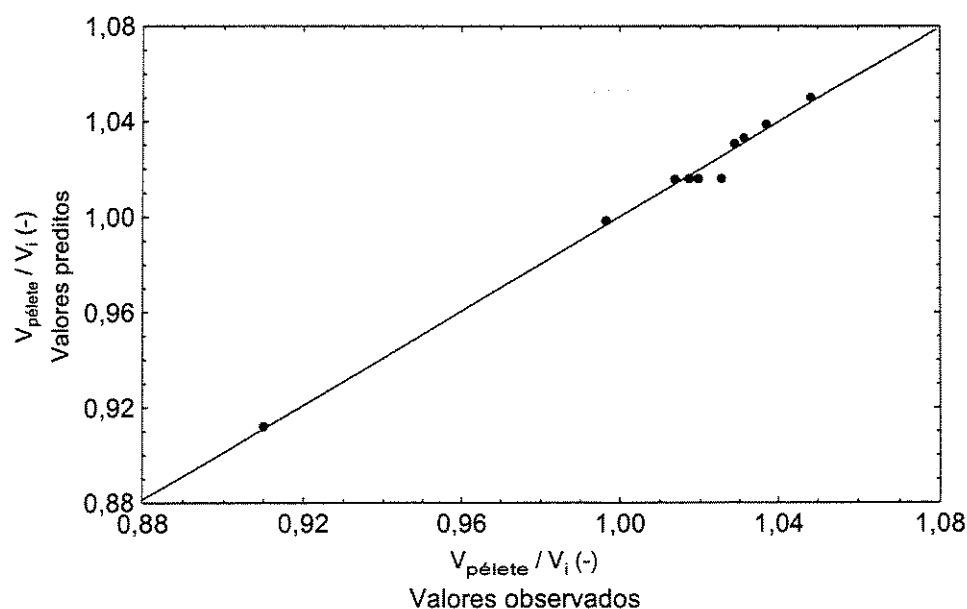


Figura 5.24 - Comparação dos valores experimentais de $V_{\text{pélete}}/V_i$ com os preditos pela Equação 5.7.

5.2.6.2 MODELO PARA $G_{pélete}/G_i$

A análise de variância para o modelo proposto para $G_{pélete}/G_i$ está apresentada na Tabela 5.24. O modelo que apresentou o maior valor de $R^2_{ajustado}$ de 91,76 %, foi gerado desconsiderando-se o efeito da curvatura e da concentração de sólidos em suspensão.

Tabela 5.24 – Análise de variância (ANOVA) no nível de 5% de probabilidade para os resultados da germinação das sementes peletizadas.

Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	F _{5%}	Significância
Modelo	6	0,013943	0,002324	19,57	6,16	Significativo
(1) = Q_s	1	0,000603	0,000603	5,08	7,71	-
(2) = T_e	1	0,005312	0,005312	44,72	7,71	Significativo
12	1	0,002698	0,002698	22,72	7,71	Significativo
13	1	0,002955	0,002955	24,88	7,71	Significativo
23	1	0,001463	0,001463	12,32	7,71	Significativo
123	1	0,000912	0,000912	7,68	7,71	-
Falta de ajuste	2	0,00009	0,000126	5,31	19,00	-
Resíduo	4	0,000475	0,000119			
Erro puro	2	0,000224	0,000112			
Total	10	0,014420				

$$R^2 = 96,71 \%$$

$$R^2_{ajustado} = 91,76 \%$$

* O efeito de interação 23 passou a ser significativo após a escolha do modelo pelo maior $R^2_{ajustado}$

Observa-se que o modelo proposto não é suficientemente significativo no nível de 5 % de probabilidade, para ser utilizado para fins preditivos, já que apresenta F calculado de aproximadamente 3,2 vezes o valor de F tabelado (Box e Wetz, 1973). O modelo gerado é representado pela equação:

$$\frac{G_{pélete}}{G_i} = 2,6061 - 0,1748 Q_s - 0,0681 C_s - 0,0410 T_e + 0,0051 Q_s T_e +$$

$$+ 0,0068 Q_s C_s + 0,0018 C_s T_e - 2,14 \cdot 10^{-4} Q_s C_s T_e \quad (5.8)$$

Observa-se na tabela ANOVA que a falta de ajuste para o modelo não é significativa. O modelo apresenta um erro experimental de 0,0109, o equivalente a 1% em

torno da média dos valores observados. A Figura 5.25 apresenta o gráfico dos valores observados contra os valores preditos pela Equação 5.8, os quais apresentaram boa concordância.

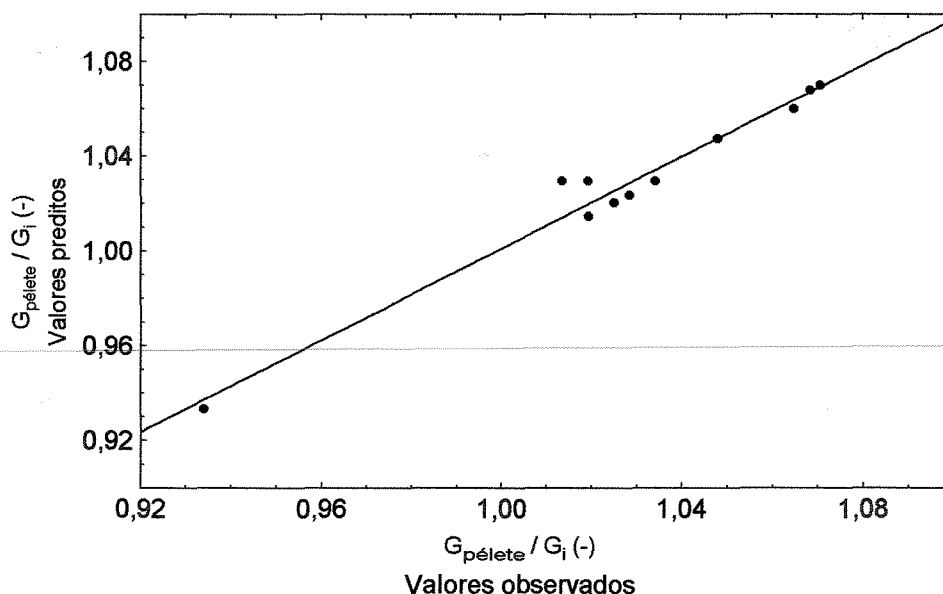


Figura 5.25 - Comparação dos valores experimentais de $G_{pélete}/G_i$ com os preditos pela Equação 5.8.

5.2.6.3 OTIMIZAÇÃO DAS VARIÁVEIS INDEPENDENTES

Os modelos gerados foram utilizados para mostrar as tendências e indicar as regiões otimizadas para um processo que preserve a germinação inicial das sementes. Uma vez que, no estudo em questão, não há necessariamente um valor ótimo para a germinação ou vigor das sementes peletizadas, foi dispensado o procedimento para a otimização numérica através da Função Desejabilidade.

Ao invés disto, foram construídos diagramas para o vigor e germinação (Figuras 5.26 e 5.27), mostrando as superfícies de respostas para todos os níveis das variáveis independentes estudadas. Tenciona-se assim, mostrar claramente as regiões críticas e favoráveis ao processo.

As regiões mais críticas podem ser melhor rastreadas através dos gráficos a, f e g, tanto para o vigor (Figura 5.26), quanto para a germinação (Figura 5.27) das sementes peletizadas.

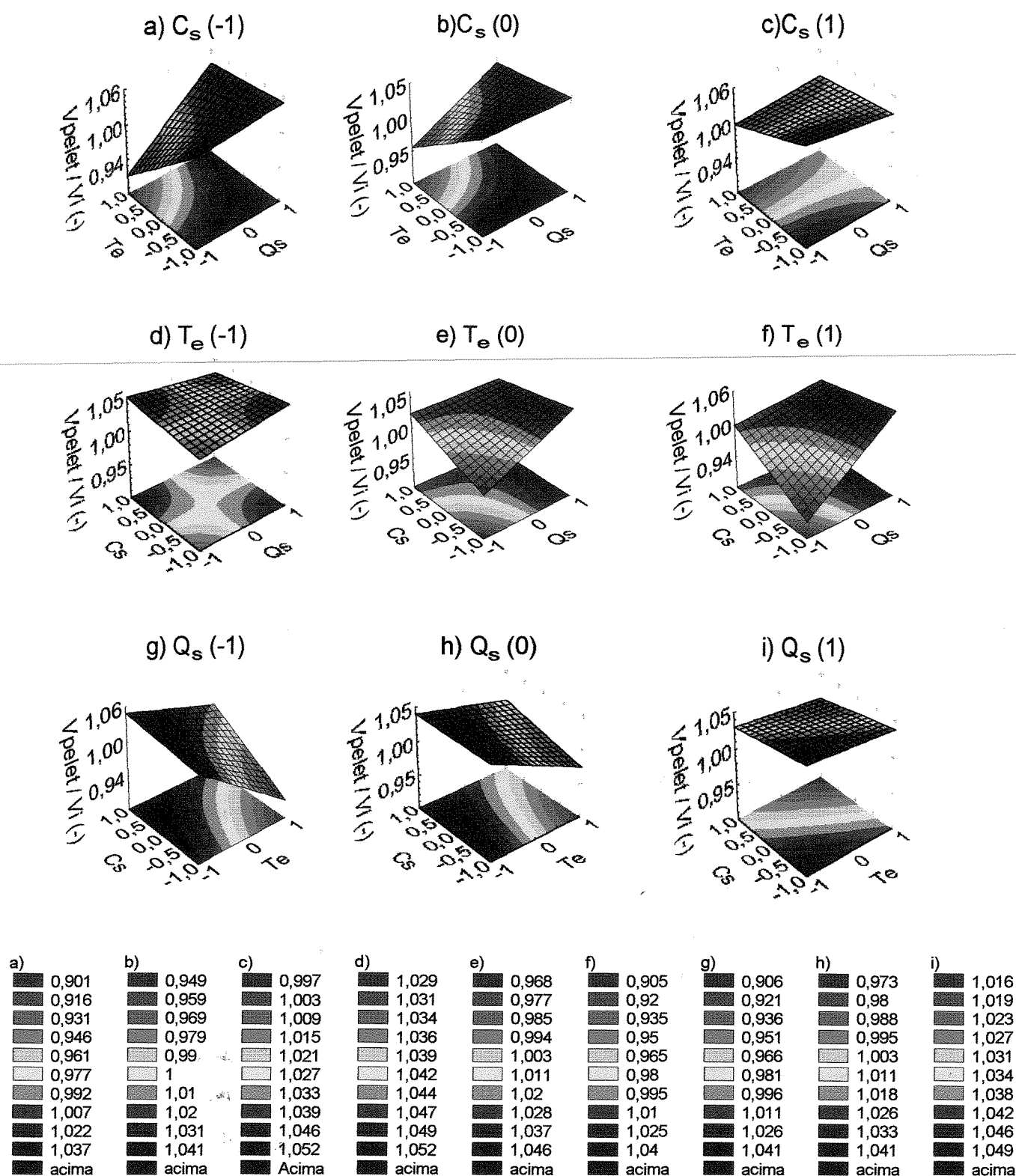


Figura 5.26 – Superfícies de respostas para o vigor das sementes peletizadas.

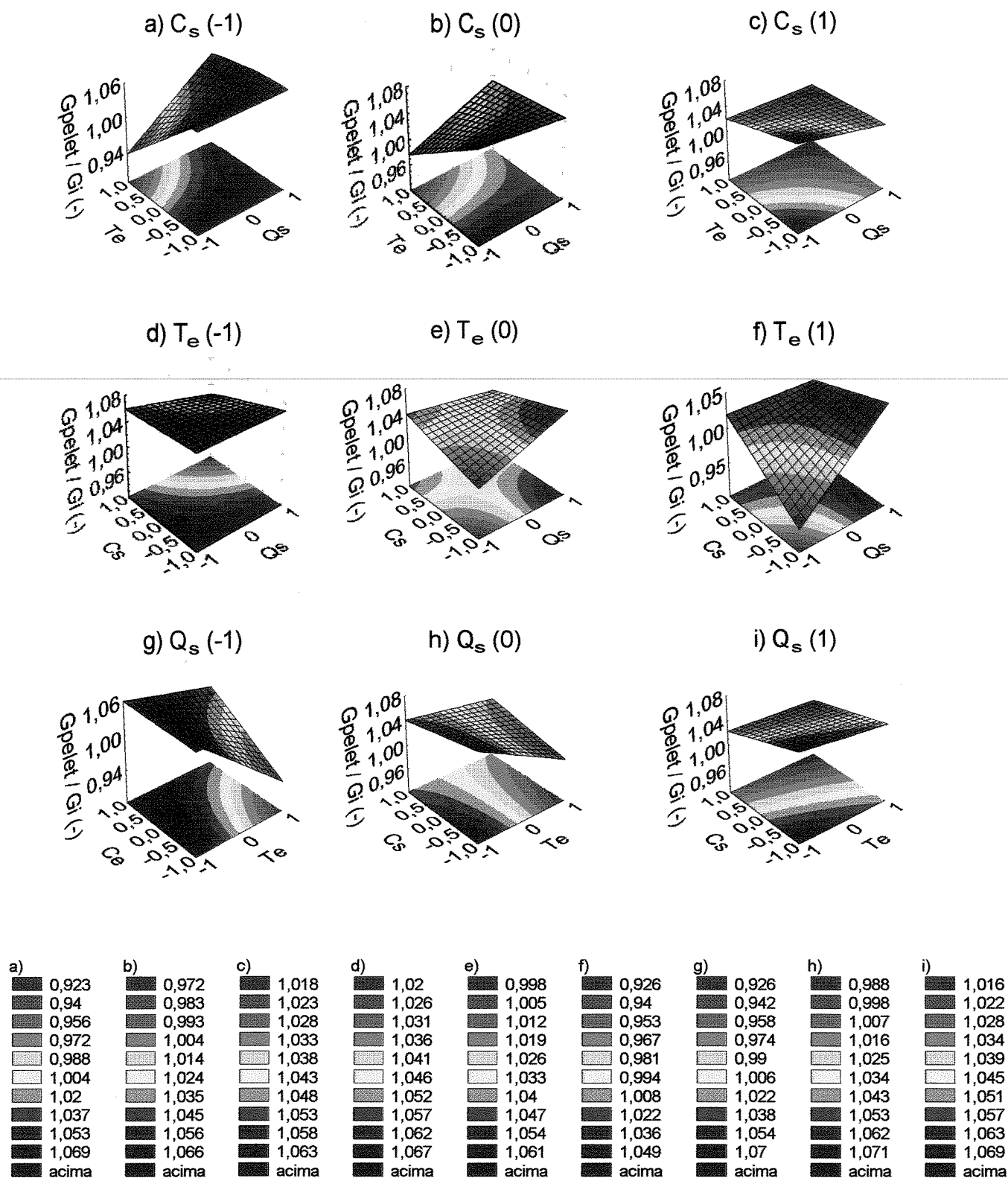


Figura 5.27 – Superfícies de respostas para a germinação das sementes peletizadas.

As superfícies das Figuras 5.26a e 5.27a, mostram condições desfavoráveis, operando no nível inferior da concentração de sólidos em suspensão (C_s) e deslocando-se as regiões experimentais para maiores valores da temperatura do ar de entrada de jorro (T_e) e menores valores da vazão da suspensão (Q_s).

Da mesma forma, as superfícies das Figuras 5.26f e 5.27f mostram regiões críticas no nível superior da temperatura do ar de entrada de jorro (T_e), deslocando-se as regiões experimentais para menores valores da concentração de sólidos em suspensão (C_s) e da vazão da suspensão (Q_s).

Por último, as superfícies das Figuras 5.26g e 5.27g mostram condições desfavoráveis, operando-se no nível inferior da vazão da suspensão (Q_s) e deslocando-se as regiões experimentais para maiores valores da temperatura do ar de entrada de jorro (T_e) e menores valores da concentração de sólidos em suspensão (C_s).

As regiões ótimas, tanto para o vigor, quanto para a germinação das sementes peletizadas, podem ser observadas nos gráficos das superfícies **c**, **d**, e **i**. A superfície da Figura 5.27e, mostra também condições quase ideais para a germinação das sementes peletizadas no nível médio da temperatura (T_e), operando em praticamente todos os outros níveis da concentração de sólidos em suspensão (C_s) e da vazão da suspensão (Q_s).

As Figuras 5.26c e 5.27c, mostram condições ótimas no nível superior da concentração de sólidos em suspensão (C_s), operando em qualquer nível para a vazão da suspensão (Q_s) e temperatura do ar de entrada de jorro (T_e). Igualmente, as Figuras 5.26d e 5.27d mostram condições totalmente favoráveis, operando no nível inferior da temperatura e em qualquer nível dos outros fatores. Por fim, condições ótimas são também observadas nas Figuras 5.26i e 5.27i, operando no nível superior da vazão da suspensão (Q_s) e em qualquer outro nível da concentração de sólidos em suspensão (C_s) e da temperatura do ar de entrada de jorro (T_e).

Estes resultados são excelentes, pois permitem recomendar uma ampla faixa de valores das variáveis independentes sem comprometer a qualidade final das sementes.

5.2.7 CONSIDERAÇÕES FINAIS SOBRE OS ENSAIOS PRINCIPAIS

A análise do planejamento experimental demonstrou que a Metodologia de Superfície de Resposta e o emprego da Função Desejabilidade, apresentam-se como ferramentas para estimar as melhores condições de operação do processo. Para analisar conjuntamente os resultados obtidos, encontram-se na Tabela 5.25, a descrição das respostas de interesse estudadas e um resumo da otimização feita para cada variável independente.

Tabela 5.25 – Condições operacionais otimizadas para as respostas individuais no planejamento experimental do processo de peletização.

VARIÁVEL	CONDIÇÕES OPERACIONAIS			REPOSTAS
	Q_s (mL/min)	T_e (°C)	C_s (%)	Valor Otimizado
Eficiência do processo	6	40	17	$\eta = 85,96 \%$ $P_E = 4,94 \%$ $P_{AL} = 9,35 \%$
Aumento de massa	6	60	17	$k_m = 2,88$
Aumento de tamanho	6	60	18,25	$k_d = 1,59$
Flexibilidade de operação	6	60	22	Sem valor ótimo
Uniformidade dos péletes	Sem efeito	Sem efeito	Sem efeito	Sem valor ótimo
Esfericidade dos péletes	Sem efeito	Sem efeito	Sem efeito	Sem valor ótimo
Qualidade fisiológica das sementes peletizadas	8	40-60	17-22	
	4-8	40	17-22	Sem valor ótimo
	4-8	40-60	22	

Observa-se na Tabela 5.25 que as condições otimizadas variam de acordo com as respostas de interesse, portanto, é necessário estabelecer uma condição ou uma faixa de condições, as quais beneficiem o processo como um todo. Desta forma, foi proposta uma faixa de condições, levando em consideração, principalmente a flexibilidade de operação e a preservação da qualidade fisiológica das sementes peletizadas.

Obviamente que a proposta é de caráter pessoal, entretanto, as condições foram recomendadas buscando-se possesores mais eficientes possíveis, com produtos mais uniformes e com maiores crescimentos, igualmente possíveis.

Comparando as condições otimizadas em cada resposta de interesse, chega-se a um consenso para a utilização da variável vazão de suspensão em seu nível médio (6 mL/min). Quanto aos outros fatores, propõe-se a utilização da variável concentração de sólidos em suspensão dentro da faixa de 20 a 22 % (nível 0,2 a 1), e também a utilização da variável temperatura do ar de entrada de jorro entre 50 e 60 °C (entre os níveis médio e superior).

É importante ressaltar que a faixa de condições proposta para otimizar o processo, garante a preservação da qualidade fisiológica das sementes e abrange condições de trabalho de maior flexibilidade.

A Figura 5.28 apresenta as superfícies de respostas para as variáveis dependentes estudadas no presente trabalho, dentro da faixa de condições otimizadas. As principais observações a serem feitas, estão voltadas aos gráficos **a**, **g** e **h** da Figuras 5.28, os quais mostram que na faixa de condições otimizadas, prevê-se valores aproximados de 75 a 79 % para a eficiência do processo, e valores acima da unidade para as relações entre o vigor e a germinação das sementes peletizadas, garantindo portanto que a qualidade fisiológica das sementes peletizadas seja no mínimo preservada, já que os valores superiores aos do lote inicial não apresentam diferenças significativas.

Os demais gráficos apontam crescimentos satisfatórios dos péletes (Figuras 5.28d e 5.28e), taxas elevadas do aumento da vazão do ar de jorro (Figura 5.28f), prevendo-se perdas aceitáveis de materiais durante o processo (Figura 5.28b e 5.28c).

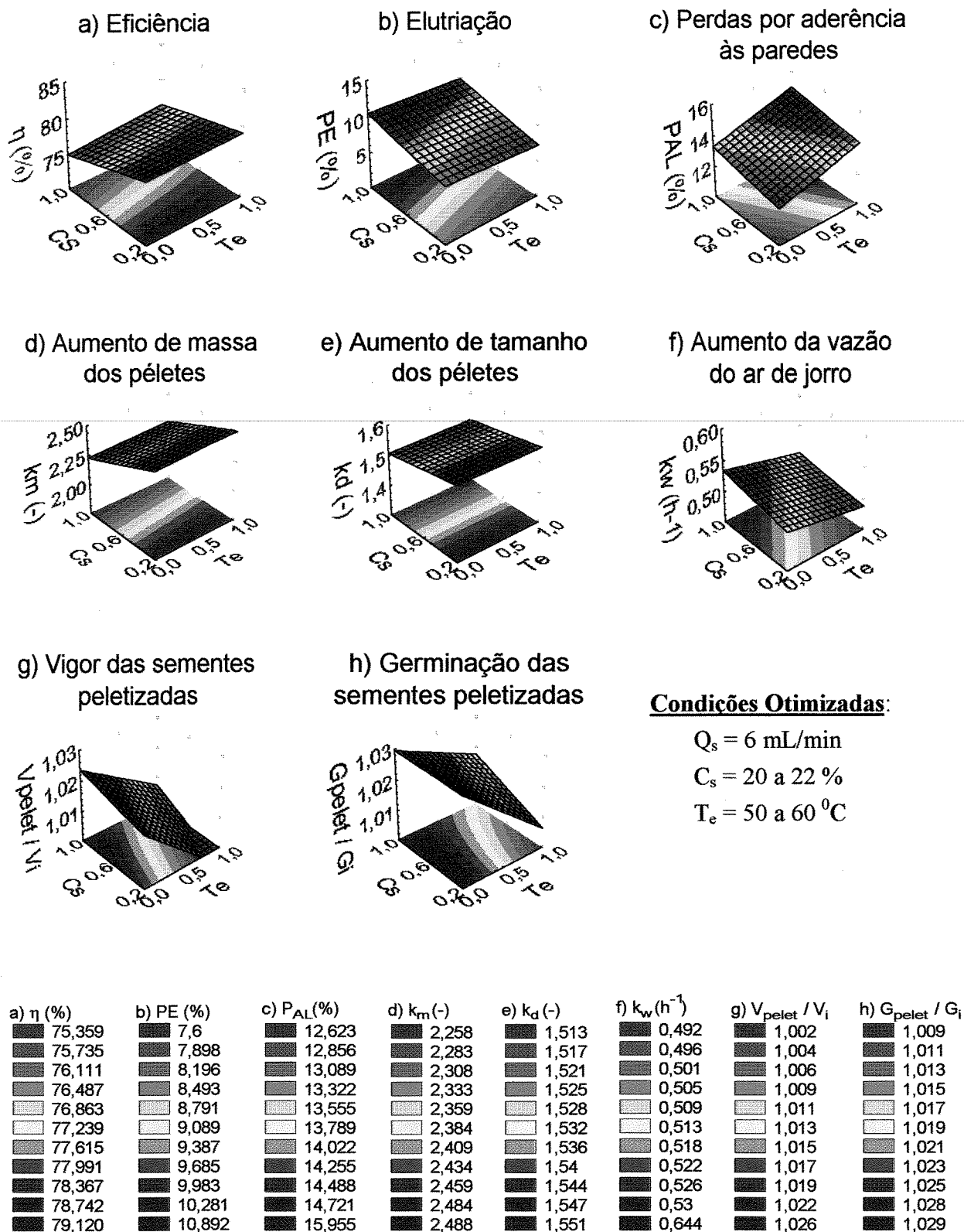


Figura 5.28 – Superfícies de respostas para as condições operacionais otimizadas ($Q_s = 6 \text{ mL/min}$; $C_s = 20 \text{ a } 22 \%$, e $T_e = 50 \text{ a } 60 ^\circ\text{C}$).

5.3 ENSAIOS EM CONDIÇÕES OTIMIZADAS

Os ensaios em condições otimizadas foram realizados utilizando-se 3000g das sementes do lote B. Este sublote foi submetido à classificação por tamanho, com a utilização da peneira de 1,68 mm, de acordo com a recomendação feita no item 5.1.3.

A fração abaixo de 1,68 mm foi descartada e a fração retida na peneira de 1,68 mm foi submetida aos testes de germinação e vigor, retirando-se uma amostra de 50g para esta finalidade. Os resultados encontram-se na Tabela 5.26.

Tabela 5.26 – Vigor e germinação das sementes com tamanhos acima de 1,68 mm.

TESTE	REPETIÇÕES				MÉDIA	TOLERÂNCIA	
						(Variação Máxima)	
						Obs ¹	Aceitável ²
Vigor	92	81	83	89	86,25	-	-
Germinação	92	88	90	92	90,50	4	11

¹Variação máxima observada entre as repetições

²Variação máxima aceitável no nível de 5% de probabilidade (Brasil, 1992)

O diâmetro médio de Sauter das sementes classificadas foi calculado em 1,84 mm, através da Equação 4.1 (item 4.1.1). Cada ensaio experimental foi realizado com 100 gramas das sementes classificadas. O tempo de atomização foi estipulado conforme o item 4.3.2.1, considerando-se um aumento de peso dos péletes de 3:1, para uma eficiência teórica de 100 %.

Os ensaios foram realizados a 55 °C, com suspensões contendo 22% de sólidos, operando a uma vazão de suspensão de 6mL/min. Estas condições estão compreendidas na faixa previamente otimizada.

A concentração de cada componente nas suspensões utilizadas, foi mantida de acordo com a formulação 12, apresentada na Tabela 4.6 (item 4.2.4.2), variando-se apenas a concentração de argila bentonita e do novo componente a ser estudado (polvilho, calcário e macronutrientes).

5.3.1 ENSAIOS COM SUSPENSÕES DE BENTONITA E POLVILHO

Os resultados dos ensaios, utilizando-se suspensões com diferentes concentrações de polvilho, encontram-se na Tabela 5.27. Registra-se, em primeiro lugar, que em todos os ensaios com suspensões de bentonita e polvilho, não foi verificada a ocorrência de quebra dos péletes durante o processo, eliminando, portanto, o problema inicial apresentado nos ensaios com suspensões de bentonita pura.

Tabela 5.27 – Resultados dos ensaios com suspensões de bentonita e polvilho.

ENSAIO	Polvilho (%)	RESPOSTAS DE INTERESSE								
		η (%)	P_E (%)	P_{AL} (%)	k_m (-)	k_d (-)	$V_{pélete}/V_i$ (-)	$G_{pélete}/G_i$ (-)	A_g (%)	t_T/t_{at} (-)
1	0,0	74,68	11,84	12,93	2,36	1,54	1,00a	1,01a	0,00	1,08
2	0,5	75,22	10,50	12,87	2,35	1,54	1,02a	1,01a	0,37	1,08
3	0,6	74,50	10,16	12,13	2,36	1,54	1,01a	1,01a	0,65	1,10
4	0,7	75,00	11,42	11,86	2,38	1,54	1,03a	1,01a	2,44	1,17
5	0,8	78,50	11,76	8,10	2,40	1,55	1,00a	1,01a	5,94	1,19
6	0,9	77,90	10,45	10,96	2,44	1,55	1,00a	1,01a	9,37	1,22
7	1,0	77,44	10,18	11,3	2,41	1,56	1,00a	1,01a	11,38	1,27
Calculado*		75,62	10,89	14,64	2,22	1,51	1,03	1,01	-	-

*Respostas calculadas através dos respectivos modelos estatísticos.

a = As médias (vigor ou germinação) não diferem entre si pelo teste de Tukey 5 % (incluindo os resultados das sementes nuas - Tabela 5.26).

Os resultados da Tabela 5.27 mostram algumas tendências bastante claras, outras nem tanto. A eficiência do processo (η), por exemplo, apresentou-se acima do esperado para os ensaios com suspensões contendo 0,8 a 1,0 % de polvilho. As perdas por elutriação (P_E), no entanto, não apresentaram tendências específicas, e mantiveram-se dentro da margem do erro experimental que foi de $\pm 9,1\%$. As perdas materiais por aderência as paredes do leito (P_{AL}) apresentaram-se abaixo do valor esperado, estando todos fora da margem de erro de $\pm 13\%$. O valor mais baixo para P_{AL} foi obtido no ensaio 5, utilizando a suspensão contendo 0,8 % de polvilho.

O crescimento dos péletes foi maior que o esperado, tanto em relação à massa (k_m), quanto ao tamanho (k_d); porém não demonstrou nenhuma tendência específica. O vigor das sementes peletizadas apresentou-se abaixo do nível esperado, talvez devido ao maior tempo de armazenamento em relação ao lote inicial ou devido às mudanças nas

propriedades físicas das suspensões utilizadas, as quais não foram estudadas aqui. Entretanto, nenhuma queda foi registrada em relação ao vigor inicial. A germinação, por outro lado, apresentou valores esperados e invariáveis.

As tendências mais claras podem ser observadas nos resultados para a formação de aglomerados indesejáveis (A_g) e para o tempo global de processo, relativo ao tempo de atomização (t_T/t_{at}). Pode-se observar na Tabela 5.27, que quanto maior a concentração de polvilho nas suspensões, maior é a quantidade de aglomerados formados e mais longo é tempo global, ou seja, menos flexível é o processo. Os péletes produzidos nos ensaios com bentonita pura e a 0,8 % de polvilho, apresentaram tamanhos uniformes, reproduzindo com certa fidelidade a distribuição inicial, como mostra a Figura 5.29.

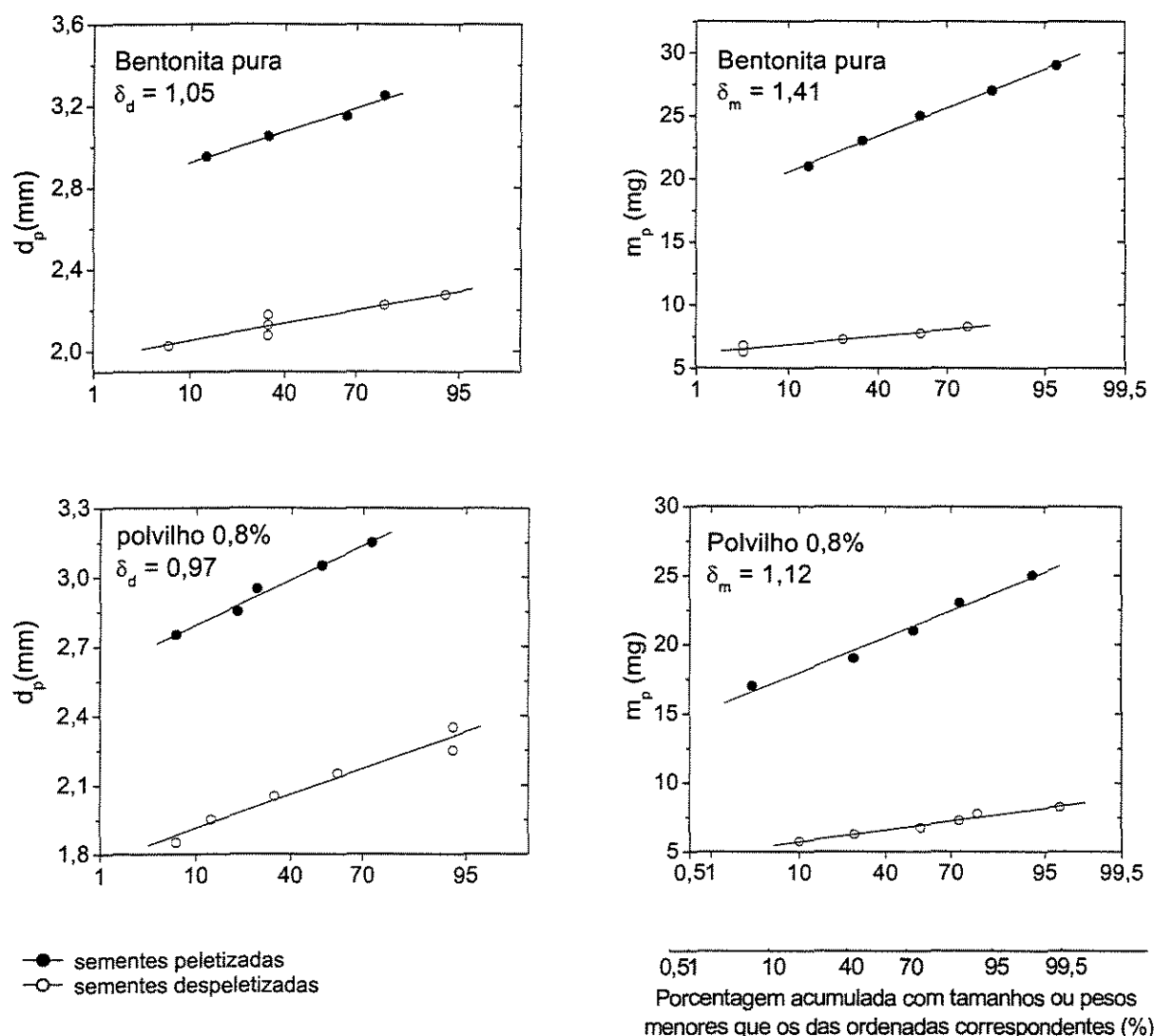


Figura 5.29 – Distribuições granulométrica e distribuição mássica das sementes peletizadas e despeletizadas (ensaios com polvilho).

Os valores das massas e dos diâmetros das sementes peletizadas e despeletizadas para os ensaios, bem como os valores dos desvios padrões das distribuições dos mesmos, encontram-se no Apêndice C2.

A distribuição de massa dos péletes produzidos com 0,8 % de polvilho demonstrou ser mais uniforme que aqueles produzidos com bentonita pura, apresentando também, boa reprodutibilidade. Com base nestes resultados, recomenda-se a utilização de suspensões contendo polvilho em concentrações variando entre 0,5 a 0,8 %. Esta recomendação visa eliminar eventuais quebras dos péletes durante o processo de peletização com suspensões de bentonita pura, e busca processos mais eficientes, sem comprometer o desempenho dos outros resultados.

5.3.2 ENSAIOS COM SUSPENSÕES DE BENTONITA, POLVILHO E CALCÁRIO

Os resultados dos ensaios, utilizando-se suspensões com bentonita, mais 0,8 % de polvilho e diferentes concentrações de calcário, encontram-se na Tabela 5.28.

Tabela 5.28 – Resultados dos ensaios com suspensões de bentonita, polvilho e calcário.

ENSAIO	Calcário (%)	RESPOSTAS DE INTERESSE								
		η (%)	P_E (%)	P_{AL} (%)	k_m (-)	k_d (-)	$V_{pélete}/V_i$ (-)	$G_{pélete}/G_i$ (-)	A_g (%)	t_T/t_{at} (-)
1*	0,0	74,68	11,84	12,93	2,36	1,54	1,00a	1,01a	0,00	1,08
2**	0,0	78,50	11,76	8,10	2,40	1,55	1,00a	1,01a	5,94	1,19
3	1,0	74,00	10,82	13,99	2,27	1,52	0,99a	1,01a	0,88	1,14
4	3,0	67,00	14,94	15,35	2,16	1,51	1,00a	1,01a	0,66	1,23
5	5,0	66,70	11,43	19,78	2,12	1,52	0,99a	1,01a	0,99	1,36
6	7,0	63,11	13,36	20,84	2,04	1,51	0,94a	0,98a	1,12	1,42
7	10,0	57,20	16,59	23,02	1,84	1,51	0,91a	0,96a	1,21	1,47
Calculado ¹		75,62	10,89	14,64	2,22	1,51	1,03	1,01	-	-

* Ensaio com suspensão de bentonita pura

** Ensaio com suspensão com bentonita e 0,8 % de polvilho

¹Respostas calculadas através dos respectivos modelos estatísticos.

a = As médias (vigor ou germinação) não diferem entre si pelo teste de Tukey 5 % (incluindo os resultados das sementes nuas- Tabela 5.26).

Observa-se na Tabela 5.28 que a eficiência do processo caiu de forma acintosa para os ensaios com suspensões de calcário, nas concentrações acima de 1 %. Nestes ensaios, os resultados estão bem abaixo do valor esperado (75,62%), e fora da margem de erro que foi de $\pm 2,1$ %. As perdas por elutriação e por aderência às paredes do leito, aumentam com o aumento da concentração de calcário.

O aumento da concentração de calcário resultou em menores aumentos de massa dos péletes produzidos (k_m), entretanto este efeito não foi notado para o aumento de tamanho (k_d). O vigor e a germinação das sementes peletizadas sofreram diminuições com o aumento da concentração de calcário, entretanto, não diferiram significativamente, mediante o teste de Tukey, no nível de 5% de probabilidade.

O incremento de calcário nas suspensões favoreceu o processo em relação à formação de aglomerados indesejáveis, visto que produziu menos aglomerados que o ensaio com suspensão de bentonita mais 0,8 % de polvilho. Entretanto, tende a aumentar com o aumento da concentração de calcário. O processo mostrou-se menos flexível com o aumento da concentração de calcário, em termos do tempo global, relativo ao tempo de atomização.

Recomenda-se, portanto, se necessário, a utilização de suspensões contendo até 1 % de calcário, visto que mantém o processo com rendimento aceitável, preservando a qualidade fisiológica dos produtos, e diminui a quantidade de aglomerados indesejáveis em relação ao uso de suspensões com polvilho.

5.3.3 ENSAIOS COM SUSPENSÕES DE BENTONITA, POLVILHO E MACRONUTRIENTES

Os resultados dos ensaios, utilizando-se suspensões com bentonita, mais 0,8 % de polvilho e diferentes concentrações de cloreto de potássio e fosfato de amônio monobásico, encontram-se na Tabela 5.29. Devido ao tempo limitado para a realização deste trabalho, não foi possível estudar o efeito individual da adição de cada macronutriente nas suspensões. Optou-se por adicionar cada nutriente na proporção de 1:1, estudando o efeito conjunto dos mesmos.

Esta etapa do trabalho não tem como objetivo apresentar um estudo abrangente e preciso sobre o efeito da peletização com macronutrientes, pois seriam necessários alguns testes no campo. Entretanto, busca-se dar início ao estudo, com uma análise do efeito sobre outras respostas de interesse, e com indicações e recomendações à respeito, tendo em vista a carência de trabalhos voltados a este assunto.

Tabela 5.29 – Resultados dos ensaios com suspensões de bentonita, polvilho e nutrientes.

ENSAIO	Nutrientes (%)	RESPOSTAS DE INTERESSE								
		η (%)	P_E (%)	P_{AL} (%)	k_m (-)	k_d (-)	$V_{p\acute{e}lete}/V_i$ (-)	$G_{p\acute{e}lete}/G_i$ (-)	A_g (%)	t_T/t_{at} (-)
1*	0,0	74,68	11,84	12,93	2,36	1,54	1,00a	1,01a	0,00	1,08
2**	0,0	78,50	11,76	8,10	2,40	1,55	1,00a	1,01a	5,94	1,19
3	0,5	83,39	1,83	13,56	2,51	1,56	0,97ab	1,01a	0,00	1,19
4	0,7	83,11	2,05	11,41	2,51	1,55	0,88bc	0,97a	0,00	1,21
5	1,0	83,20	2,75	12,98	2,49	1,56	0,64c	0,92a	0,55	1,21
6	2,0	85,06	3,54	10,55	2,53	1,56	0,31de	0,69b	3,62	1,19
7	3,0	83,46	6,11	9,49	2,52	1,55	0,26e	0,48c	3,88	1,13
8	4,0	82,31	9,96	6,95	2,48	1,55	0,06f	0,13d	3,94	1,22
9	5,0	86,17	3,25	9,97	2,53	1,57	0,01f	0,02de	4,65	1,20
10	7,0	88,34	3,13	8,06	2,58	1,57	0,00f	0,00e	4,27	1,22
Calculado ¹		75,62	10,89	14,64	2,22	1,51	1,03	1,01	-	-

* Ensaio com suspensão de bentonita pura

** Ensaio com suspensão de bentonita e 0,8 % de polvilho

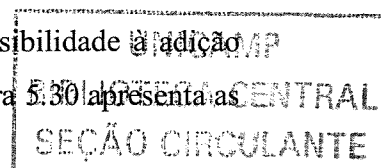
¹ Respostas calculadas através dos respectivos modelos estatísticos.

a = As médias (vigor ou germinação) não diferem entre si pelo teste de Tukey 5 % (incluindo os resultados das sementes nuas- Tabela 5.26).

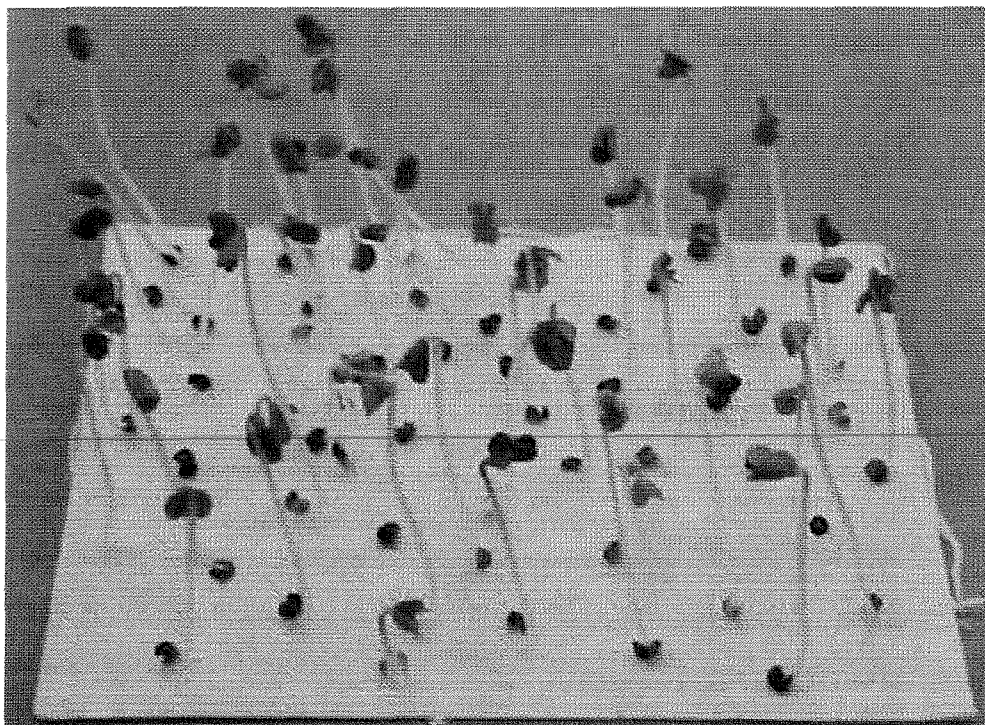
b, c, d, e, f = Médias seguidas de mesma letra não diferem entre si pelo teste de Tukey 5 %.

Observações importantes podem ser extraídas dos resultados apresentados na Tabela 5.29. A eficiência do processo, por exemplo, aumentou substancialmente com a adição dos macronutrientes nas suspensões de peletização, até mesmo na concentração mais baixa que foi de 0,5 %. É plausível, portanto, sugerir a investigação de outros materiais, inertes ou com propriedades ativas, os quais apresentem desempenhos semelhantes. Por outro lado, o aumento da concentração dos macronutrientes causou perdas extremas na qualidade fisiológica das sementes peletizadas.

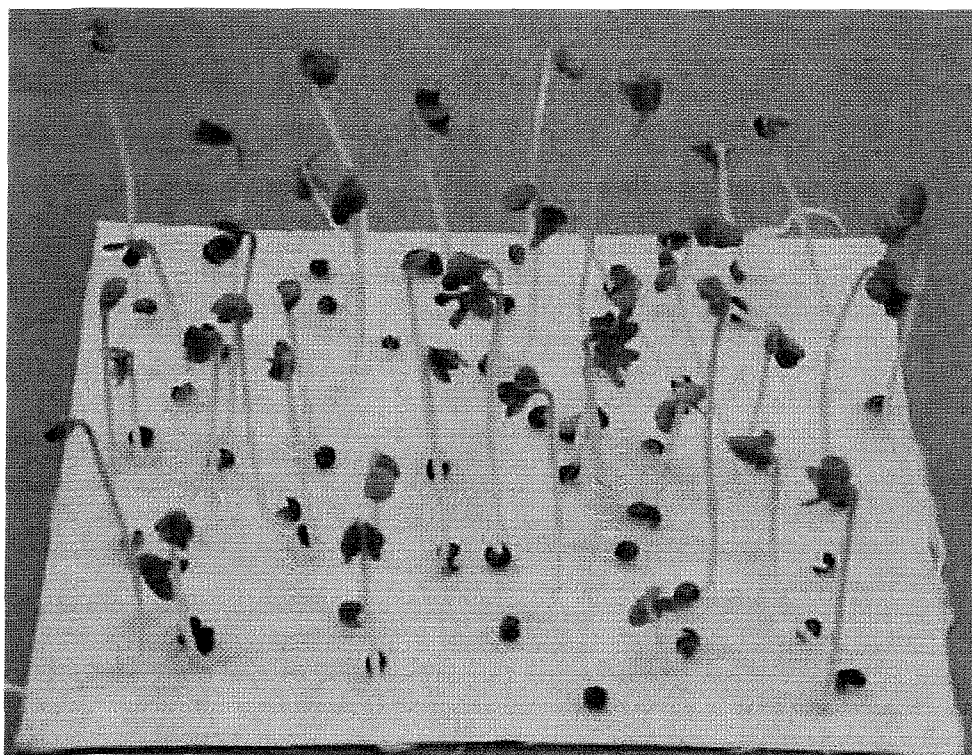
As sementes de brócolos, portanto, demonstraram grande sensibilidade à adição dos macronutrientes nas suspensões de peletização. Para ilustrar, a Figura 5.30 apresenta as



fotos tiradas cinco dias após a semeadura das sementes nos testes de germinação, sendo utilizadas 50 sementes em cada substrato.

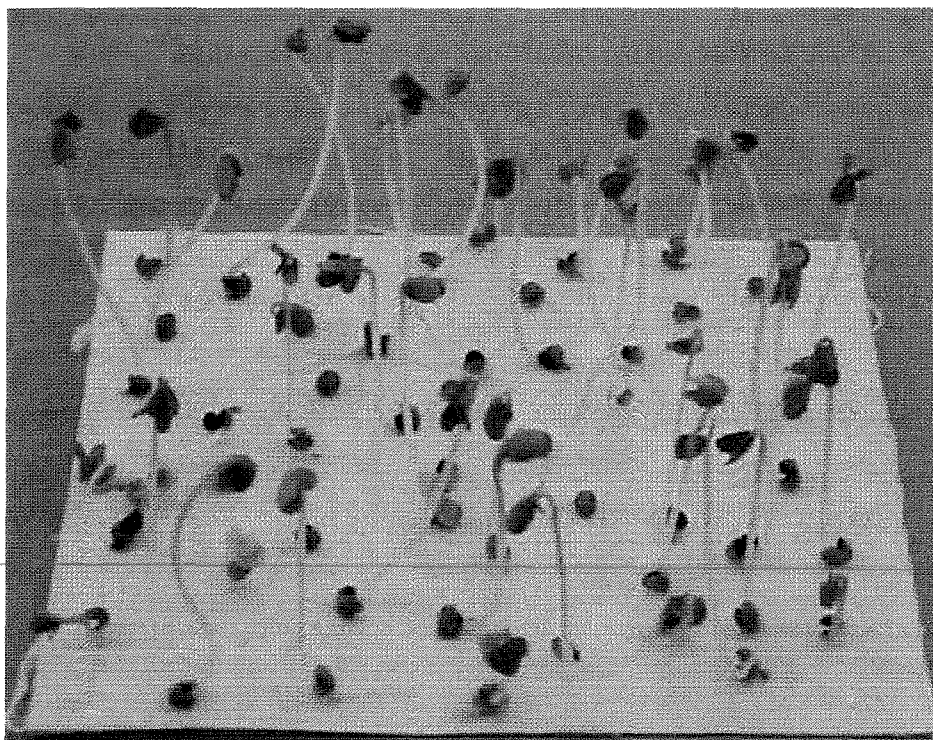


a) Sementes “in natura” ($G_i = 90,5 \%$; $V_i = 86,25 \%$)

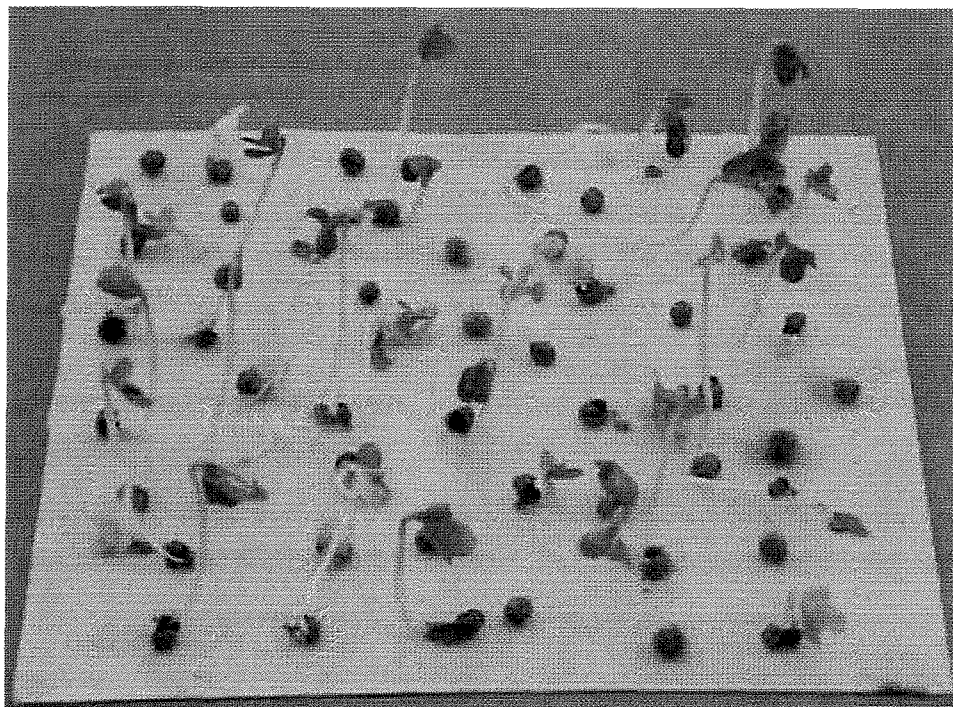


b) $KCl = 0,25 \%$; $NH_4H_2PO_4 = 0,25 \%$ $\left(\frac{V_{pelet}}{V_i} = 0,97; \frac{G_{pelet}}{G_i} = 1,01 \right)$

Figura 5.30 – Testes de germinação das sementes peletizadas com macronutrientes.

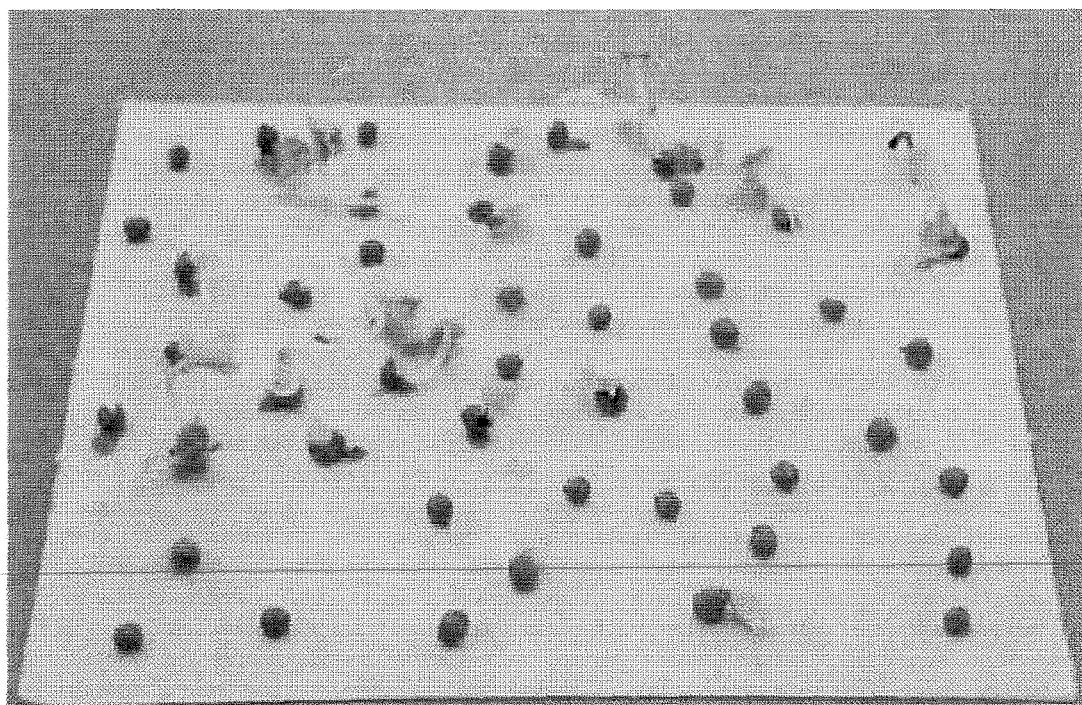


c) $\text{KCl} = 0,35 \text{ \%}; \text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 = 0,35 \text{ \%}$ $\left(\frac{V_{\text{pelet}}}{V_i} = 0,88; \frac{G_{\text{pelet}}}{G_i} = 0,97 \right)$

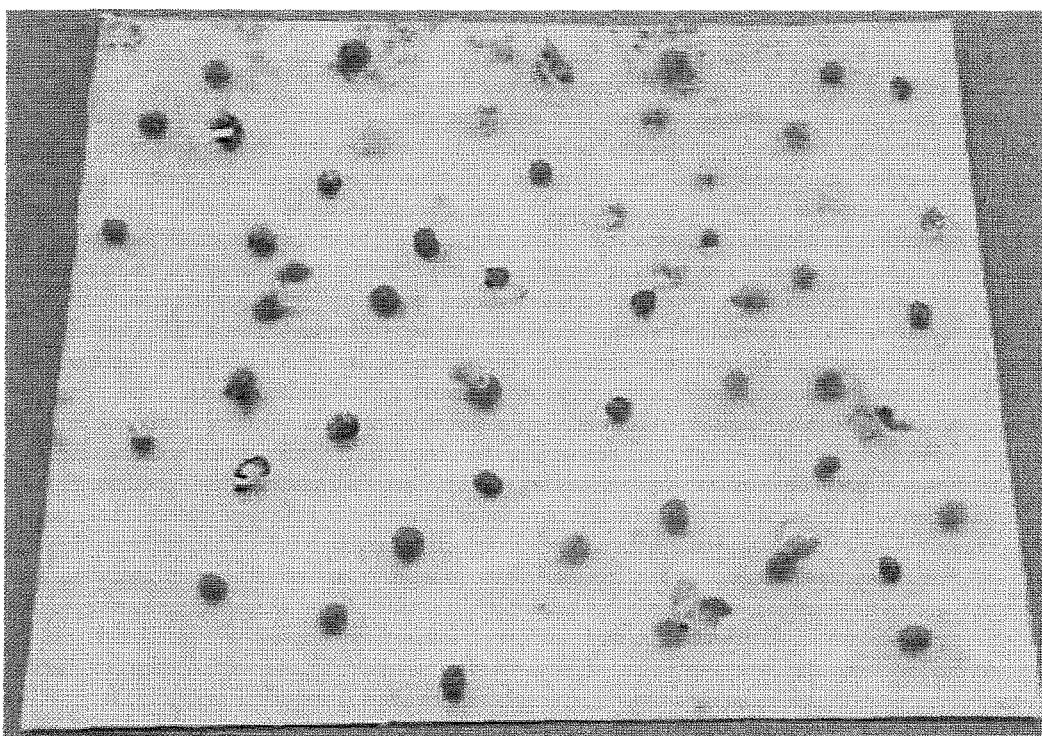


d) $\text{KCl} = 0,5 \text{ \%}; \text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 = 0,5 \text{ \%}$ $\left(\frac{V_{\text{pelet}}}{V_i} = 0,4; \frac{G_{\text{pelet}}}{G_i} = 0,92 \right)$

Figura 5.30 – Testes de germinação das sementes peletizadas com macronutrientes (continuação).

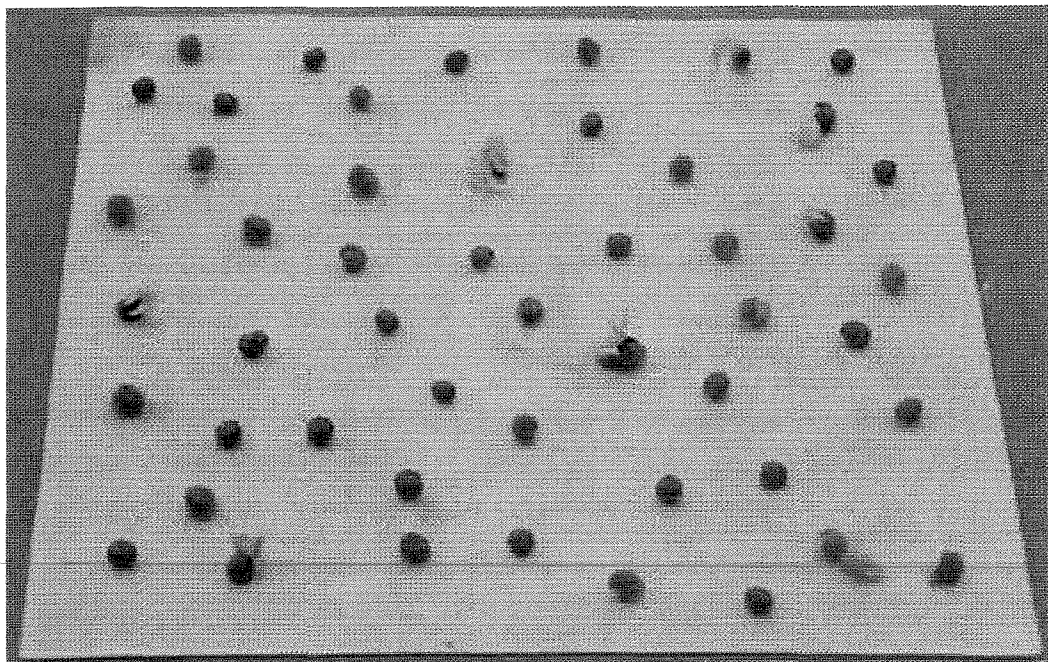


e) $\text{KCl} = 1 \text{ \%}; \text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 = 1 \text{ \%}$ $\left(\frac{V_{\text{pelet}}}{V_i} = 0,31; \frac{G_{\text{pelet}}}{G_i} = 0,69 \right)$

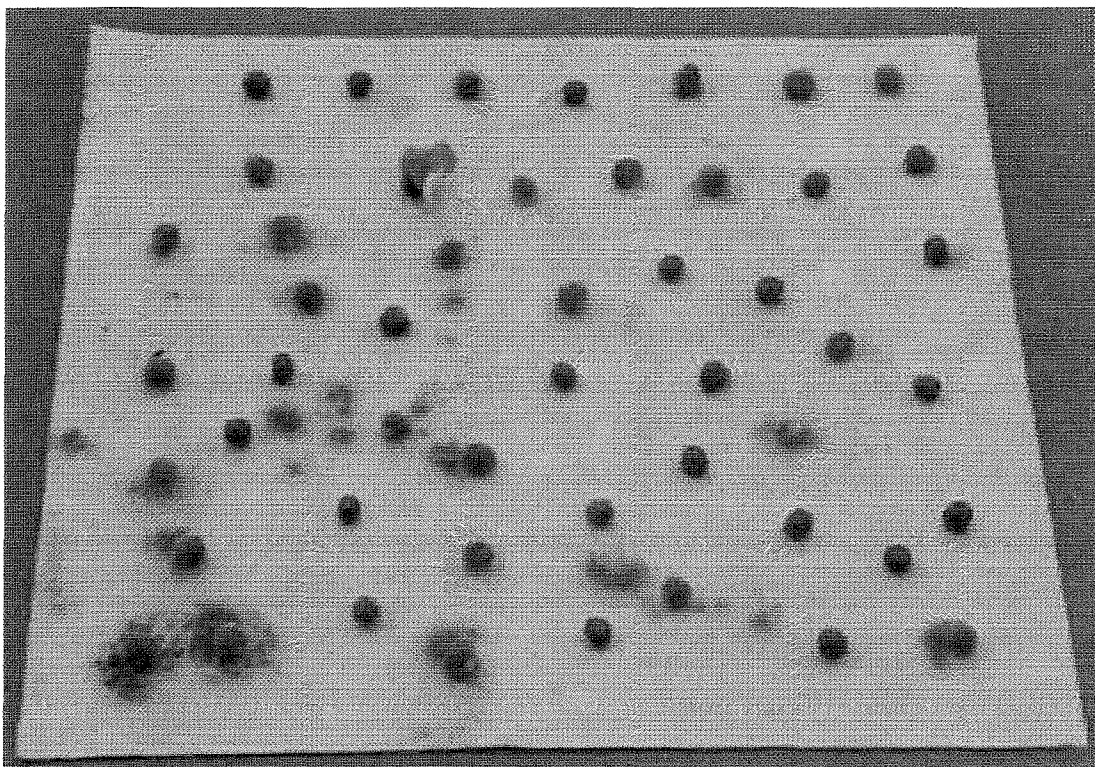


f) $\text{KCl} = 1,5 \text{ \%}; \text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 = 1,5 \text{ \%}$ $\left(\frac{V_{\text{pelet}}}{V_i} = 0,26; \frac{G_{\text{pelet}}}{G_i} = 0,48 \right)$

Figura 5.30 – Testes de germinação das sementes peletizadas com macronutrientes (continuação).



g) $\text{KCl} = 2 \text{ \%}; \text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 = 2 \text{ \%}$ $\left(\frac{V_{\text{pelet}}}{V_i} = 0,06; \frac{G_{\text{pelet}}}{G_i} = 0,13 \right)$



h) $\text{KCl} = 2,5 \text{ \%}; \text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 = 2,5 \text{ \%}$ $\left(\frac{V_{\text{pelet}}}{V_i} = 0,01; \frac{G_{\text{pelet}}}{G_i} = 0,02 \right)$

Figura 5.30 – Testes de germinação das sementes peletizadas com macronutrientes (continuação).

As tendências observadas na Tabela 5.29 abrem um precedente importante para a investigação de processos de peletização em leitos de jorro, utilizando-se os materiais em questão com outros tipos de sementes, as quais podem apresentar maiores resistências aos macronutrientes. Observa-se também na Tabela 5.29 que os péletes produzidos apresentaram crescimentos satisfatórios, bem acima do esperado. A formação de aglomerados indesejados apresentou-se abaixo da quantidade produzida no ensaio com a suspensão de bentonita e 0,8 % de polvilho, no entanto, tende a aumentar com o aumento da concentração dos macronutrientes. Os ensaios mostraram-se razoavelmente flexíveis, com tempos globais relativos aos tempos de atomização em torno de 1,20.

Recomenda-se, desta forma, a peletização de sementes de brócolos utilizando-se suspensões com até 0,7 % dos macronutrientes. Acima deste valor, a queda do vigor das sementes peletizadas é significativa. Por outro lado, sugere-se a investigação do efeito individual dos macronutrientes utilizados.

5.4 ISOTERMAS DE ADSORÇÃO DAS SEMENTES PELETIZADAS

A Tabela 5.30 apresenta os dados experimentais do teor de umidade de equilíbrio (base seca) para as sementes de brócolos “in natura”, sementes peletizadas com suspensão de bentonita pura e para os péletes produzidos com suspensão de bentonita e 0,8% de polvilho.

Tabela 5.30 – Teores de umidade de equilíbrio das sementes “in natura” e peletizadas, obtidos pela adsorção em diferentes umidades relativas, a 25 °C.

ϕ (decimal)	U_{eq} (% b.s.)		
	Sementes “in natura”	Sementes peletizadas	
		Bentonita pura	Bentonita + polvilho
0,0	0,000	0,000	0,000
0,1	0,190	0,047	0,236
0,2	0,360	0,251	0,477
0,3	1,260	0,415	0,786
0,4	1,600	0,615	1,222
0,5	2,670	0,854	1,751
0,6	4,610	1,425	2,723
0,7	7,270	2,386	3,960
0,8	10,740	3,709	5,677
0,9	16,340	5,644	8,124

Para o ajuste das isotermas, foram utilizados os modelos recomendados na literatura (ver item 4.5.1). As estimativas dos parâmetros para os modelos testados, bem como a variância (R^2) e o desvio padrão estimados para cada modelo (DP), encontram-se na Tabela 5.31.

Tabela 5.31 – Estimativas dos parâmetros, variância explicada e desvio padrão de quatro modelos usados para a adsorção de umidade das sementes “in natura” (nuas) e peletizadas, a 25°C.

PARÂMETRO	VALORES ESTIMADOS											
	GAB			Oswin modificado			Henderson modificado			Chung-Pfost modificado		
	Nuas	B.**	B.P.***	Nuas	B.**	B.P.***	Nuas	B.**	B.P.***	Nuas	B.**	B.P.***
A	284,59	89,508	156,60	-302,5	7,8528	367,42	0,0006	0,0023	0,0010	498,28	553,29	570,62
B	0,6944	0,7099	0,6294	1,0264	-0,023	-1,227	0,9303	0,0996	1,5512	0,2524	0,8084	0,4807
C	0,0133	0,0133	0,0178	0,7379	0,7530	0,6618	1,1469	0,6809	1,1408	-21,36	-0,736	-9,572
B ₀	0,7058	0,7096	0,6217									
C ₀	0,0134	0,0133	0,0178									
h ₁	-40,19	2,9977	30,743									
h ₂	-4,995	-0,478	-2,038									
R ²	99,74	99,78	99,84	97,79	98,08	97,81	87,55	99,51	93,9	91,43	91,21	93,51
σ*	5,82	5,64	4,26	17,43	16,41	15,61	23,42	4,70	16,21	19,22	19,21	16,67
* Desvio padrão relativo (%)												
** Resultados para as sementes peletizadas com suspensão de bentonita pura												
*** Resultados para as sementes peletizadas com suspensão de bentonita e 0,8% de polvilho												

Os parâmetros do modelo de Halsey modificado não estão incluídos na Tabela 5.31 devido à não convergência pelo método Quasi-Newton. Observando os resultados para a variância explicada (R^2) e para o desvio padrão relativo (σ), nota-se uma representação muito satisfatória dos dados experimentais para os modelos de GAB (sementes “in natura” e peletizadas) e Henderson modificado (sementes peletizadas com bentonita pura). Para os outros casos, o erro relativo ficou acima de 15 %, por isso não são recomendados para estimar a adsorção das sementes nuas e peletizadas na temperatura ambiente.

Para avaliar o grau de ajuste às observações, estão apresentados os gráficos dos resíduos na Figura 5.31.

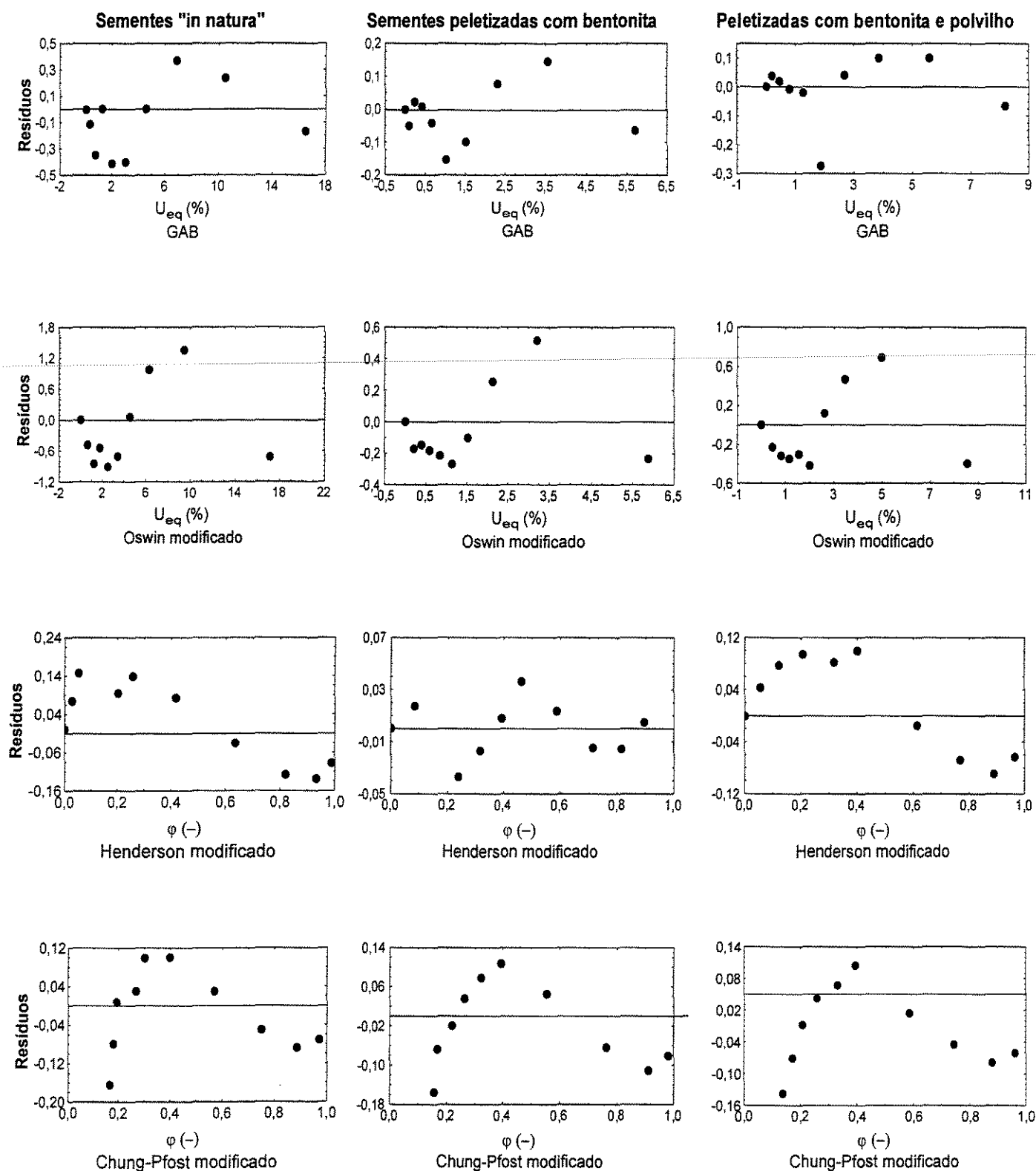


Figura 5.31 – Gráfico dos resíduos de quatro modelos para os dados de adsorção das sementes de brócolos “in natura” e peletizadas.

Os resíduos para os modelos de GAB (sementes nuas e peletizadas) e Henderson modificado (sementes peletizadas com bentonita pura) não seguem um padrão de distribuição e não comprometem o grau de ajuste. Os resíduos para os outros modelos, no entanto, seguem um padrão sistemático de distribuição, o que comprova a inadequação destas equações.

A Figura 5.32 apresenta as curvas de umidade de equilíbrio, ajustadas através do modelo de GAB (Equação 4.17).

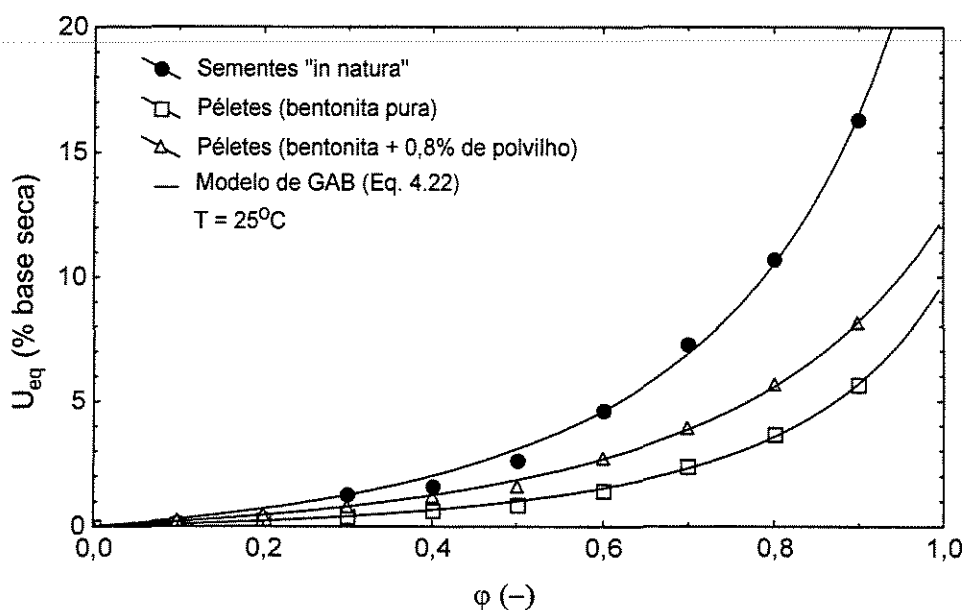


Figura 5.32 – Isotermas de adsorção das sementes de brócolos “in natura”, peletizadas com suspensões de bentonita pura, e bentonita com 0,8% de polvilho.

O comportamento das curvas de umidade de equilíbrio apresentadas na Figura 5.33, demonstrou que, em umidades relativas baixas e intermediárias, as quais compreendem a região de sorção em multicamadas, a umidade de equilíbrio aumentou linearmente com ϕ , tanto para sementes “in natura”, quanto peletizadas.

Para umidades relativas mais altas (região de condensação capilar), a umidade de equilíbrio aumentou de forma mais acentuada para os três tipos de sementes. Comportamentos semelhantes foram registrados por Turhan e Gunasekaran (2002), os quais construíram as isotermas de adsorção para sementes de algodão, recobertas e “in natura”, a 45 e 5 °C.

Observa-se ainda na Figura 5.33 que, para uma mesma umidade relativa, as sementes “in natura” apresentaram valores de umidade de equilíbrio superiores aos valores de U_{eq} das sementes peletizadas, tanto na região de sorção em multicamadas, quanto na região de condensação capilar.

Valores intermediários foram apresentados pelas sementes peletizadas com suspensão de bentonita e 0,8% de polvilho, e abaixo, estão os valores apresentados pelas sementes peletizadas com suspensão de bentonita pura. Observa-se ainda na região de condensação capilar, que a curva para as sementes “in natura” é mais acentuada que aquelas apresentadas pelas sementes peletizadas.

A higroscopicidade mais baixa dos péletes produzidos demonstra estabilidade potencialmente maior do que as sementes nuas. Os péletes formam uma barreira contra a transferência de vapor d’água para as sementes no ambiente. Assim sendo, a peletização contribui para controlar o processo de adsorção. O efeito dos recobrimentos sobre a umidade de equilíbrio pode garantir o manuseio seguro das sementes peletizadas em valores práticos de umidade relativa do ar.

Por fim, as isotermas apresentadas na Figura 5.33, são muito úteis, portanto, para auxiliar nas análises de condições para o armazenamento adequado dos péletes de brócolos, em temperatura ambiente e umidade relativa controlada.

6 CONCLUSÕES E SUGESTÕES

6.1 CONCLUSÕES

- A unidade experimental construída para o leito de jorro cônico permitiu investigar efetivamente o fenômeno de granulação de partículas, através de análise visual da circulação das partículas e da quantificação dos efeitos de parâmetros operacionais, obtendo-se sementes peletizadas com tamanho e formato comerciais.
- O estudo preliminar sobre o efeito das condições operacionais do processo de jorro na qualidade fisiológica de sementes “in natura”, permitiu recomendar ao processo de peletização a utilização de materiais de revestimento com propriedades isolantes térmicas. Além disso, alertou-se para o fato de que os recobrimentos devem envolver toda a superfície das sementes no menor tempo de processamento possível para evitar os choques nas paredes do leito.
- Outro estudo prévio, demonstrou que o tamanho inicial afeta significativamente a qualidade fisiológica das sementes. Os resultados permitiram recomendar ao processo de peletização, a classificação do lote de sementes de brócolos utilizando-se a peneira de 1,68 mm (10 mesh).
- Através de análise visual e quantitativa do processo de granulação, constatou-se uma faixa ótima de valores da vazão do ar de atomização para uma determinada carga de sementes, utilizando uma determinada capa de ar do conjunto de pulverização, com um posicionamento do bico atomizador a 12 cm acima da superfície do leito de partículas. O regime de jorro obtido nestas condições foi denominado de “regime de jorro com fonte aberta”.
- Nos estudos principais sobre o efeito das condições operacionais na eficiência do processo de peletização, perdas por elutriação, crescimento das partículas e taxa de aumento da vazão do ar de jorro, ficou evidenciado uma relação não linear destas variáveis dependentes com a vazão da suspensão de recobrimento
- As perdas materiais por aderência às paredes do leito, o vigor e a germinação das sementes peletizadas apresentaram relação linear com as variáveis dependentes estudadas.

- Nas condições estudadas, a variação da temperatura do ar de entrada de 40 para 60 °C não influenciou significativamente nenhuma variável dependente.
- Os resultados para a uniformidade e esfericidade das sementes peletizadas não sofreram alterações significativas para as condições de operação estudadas, embora tenha-se verificado um arredondamento das sementes peletizadas.
- A otimização da eficiência do processo foi obtida a uma vazão de suspensão de 6mL/min, temperatura do ar de entrada de 40 °C e concentração de sólidos em suspensão de 17 %. As respostas de interesse para esta condição foram: eficiência de 85,96 %, perdas por elutrição de 4,94 % e perdas por aderência às paredes do leito de 9,35 %.
- O crescimento máximo dos péletes foi obtido na vazão de suspensão de 6mL/min, e temperatura do ar de entrada de 60 °C. O aumento máximo de massa foi obtido para uma concentração de sólidos em suspensão de 17 % e o aumento máximo de tamanho para uma concentração de sólidos em suspensão de 18,25 %. Nestas condições, o aumento de massa foi predito em 2,88 kg de revestimento por kg de sementes, e o aumento de tamanho foi predito em 1,59 vezes o tamanho inicial das sementes.
- A melhor condição de trabalho para uma maior flexibilidade de operação, foi obtida para vazão de suspensão de 6mL/min, temperatura do ar de entrada de 60 °C e concentração de sólidos em suspensão de 22 %. As respostas para esta condição foram negligenciadas, pois trata-se de uma análise qualitativa.
- O vigor e a germinação das sementes peletizadas foram preservados em uma ampla faixa de valores das variáveis independentes. A faixa não recomendada compreende os níveis: inferior da concentração de sólidos em suspensão, operando em níveis elevados da temperatura do ar de entrada e níveis baixos para vazão de suspensão; superior para a temperatura do ar de entrada, operando em níveis baixos da concentração de sólidos em suspensão e da vazão de suspensão; e inferior para a vazão de suspensão, operando em níveis elevados de temperatura do ar de entrada e baixos para a concentração de sólidos em suspensão.
- Foi proposta uma faixa de condições operacionais para otimizar o processo de peletização, considerando todas as respostas de interesse estudadas. A faixa está

compreendida entre 20 a 22 % para a concentração de sólidos em suspensão; 50 e 60 °C para a temperatura; a uma vazão de suspensão de 6 mL/min.

➤ O sucesso das operações realizadas neste trabalho, atribuídas principalmente ao desenvolvimento de sementes peletizadas, vigorosas e com grande poder germinativo, demonstra a adequada aplicabilidade do leito de jorro e dos materiais de revestimento no processo de peletização. Atribui-se à tecnologia de quebra dos péletes quando hidratados, o evento mais importante para tal êxito.

➤ O crescimento das partículas processadas no leito de jorro não apresentou-se de forma uniforme. Os resultados evidenciaram que as partículas maiores capturaram mais recobrimentos do que as partículas menores. Entretanto, o processo com sementes classificadas com peneira de 1,68 mm, produziu péletes com distribuição de massa e tamanho log-normal, reproduzindo a distribuição inicial.

➤ A esfericidade das sementes aumentou em média de 0,78 para 0,86. Os resultados evidenciaram uma leve tendência ao nivelamento da esfericidade das sementes peletizadas com o tempo de processo.

➤ A adição de polvilho nas suspensões de peletização, eliminou eventuais quebras dos péletes que ocorreram durante o processo de peletização com suspensões de bentonita pura. Foi recomendada a utilização de suspensões contendo polvilho em concentrações variando entre 0,5 a 0,8 %.

➤ Foi recomendada a utilização de suspensões contendo até 1 % de calcário. A utilização deste mineral nas concentrações recomendadas não compromete a eficiência do processo de peletização, preserva a qualidade fisiológica dos produtos, e diminui a quantidade de aglomerados indesejáveis em relação ao uso de suspensões com polvilho.

➤ A adição dos macronutrientes cloreto de potássio e fosfato de amônio monobásico nas suspensões de peletização, resultaram em processos bem mais eficientes que o esperado. Entretanto, o incremento destas substâncias nas suspensões causaram perdas extremas na qualidade fisiológica das sementes peletizadas. Recomendou-se, desta forma, a utilização de suspensões contendo até 0,7 % dos macronutrientes, na proporção de 1:1.

- Dados experimentais de equilíbrio de umidade foram gerados para as sementes de brócolos “in natura” e peletizadas com suspensões de bentonita pura e bentonita com polvilho. O modelo de Guggenheim-Anderson-de Boer (GAB) apresentou os melhores ajustes para os dados de adsorção, quando comparado a quatro outros modelos (Chung-Pfost modificado; Halsey modificado; Oswin modificado; e Henderson modificado). O modelo de Henderson modificado apresentou também excelentes ajustes, porém apenas para as sementes peletizadas com suspensão de bentonita pura.
- O revestimento das sementes de brócolos foi efetivo em toda a região das isothermas de adsorção de umidade. As sementes peletizadas adsorveram menos umidade que as sementes “in natura” para uma mesma umidade relativa, a 25 °C. A aplicação dos revestimentos de bentonita sobre as sementes de brócolos mostrou-se vantajosa, visto que a adsorção de vapor de água nas sementes peletizadas pode ser melhor controlada.
- As isothermas obtidas podem ser utilizadas para auxiliar nas análises de condições para o armazenamento adequado dos péletes de brócolos, em temperatura ambiente e umidade relativa controlada.
- Como conclusão final, acredita-se que este estudo pode colaborar com o desenvolvimento de uma nova tecnologia para a peletização de sementes, utilizando materiais de peletização de baixo custo e de grande disponibilidade. O estudo mostrou que o processo em leito de jorro pode produzir sementes peletizadas com ótima qualidade. Além disso, é possível produzir e comercializar sementes peletizadas a custos mais baixos que os oferecidos pelas atuais empresas de revestimento de sementes, que utilizam-se das tecnologias retidas em mãos estrangeiras.

6.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Projetar e construir recobridores ou granuladores de leitos fluidizados ou de jorro, com fluxo de ar adicional na região anular, para facilitar a secagem das partículas e das paredes do leito, visando melhorar a flexibilidade das operações.
- Peletizar sementes pequenas, com tamanhos inferiores a 1mm, em leito fluidizado, utilizando os materiais de revestimento recomendados no presente trabalho.
- Investigar efetivamente a tecnologia de quebra dos péletes, determinando as propriedades físicas da argila bentonita, as quais promovem tal fenômeno e, adicionalmente, estudar outros tipos de argilas e a influência das propriedades físicas das suspensões sobre o processo.
- Investigar o efeito da utilização de vários conjuntos de atomização, buscando bicos atomizadores mais resistentes ao desgaste, como os construídos em cerâmica, por exemplo.
- Ampliar o estudo realizado no presente trabalho, sobre a faixa de valores da vazão do ar de atomização para uma determinada carga de partículas e posicionamento do bico atomizador, investigando a existência de diferentes regimes de jorro ou de fluidização.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AccuPyc 1330 Pycnometer, Operator's Manual V2.02., *Part No. 133-42808-01*, Micromeritics Instrument Corporation, 1997.
- Agrawal S. and Ziegler E.N, On The Optimum Transfer Coefficient at an Exchange Surface in a Gas-Fluidized Bed, *Chem. Engng. Sci.*, **24**, pp. 1235., 1969.
- Allais, I., Transferts Thermiques au Cours de la Réfrigération avec Brumisation D'un Empilement de Denrées Alimentaries. Thèse de doctorat ENSIA, 187 p., 1997.
- Almeida, C., Recobrimento de Sementes de Brócolos em Leito de Jorro e Leito Fluidizado., Tese de Doutorado., UNICAMP, Faculdade de Engenharia Química, 144 p., 2002.
- ASAE (American Society of Agricultural Engineering), Moisture Relationships of Plant-Based Agricultural Products., *Standard Engineering Practice Data D245.5*, St. Joseph, Michigan, 1995.
- Becher R-D. and Schlünder E-U., Fluidized Bed Granulation: the Importance of a Drying Zone for Particle Growth Mechanism., *Chem. Eng. Proc.*, **37**, pp. 1-6., 1998.
- Berquin, Y. F., Method and Apparatus for Granulating Melted Solid and Hardenable Fluid Products. U.S. Patent No. 3.231.413 to PEC, Paris, 1966 (filed 1962). Equivalent Brit. Patent No. 962.265; 1964.
- Berquin, Y.F., A New Granulation Process and its Application in the Field of Fertilizer Manufacture. *Génie Chim.* **86** (45), 1961.
- Booij, R. Cauliflower Curdinitiation and Maturity: Variability Within a Crop., *Journal of Horticultural Science.*, **65**, p. 167-175, 1990.
- Box, G. E. P., and Draper, N. R., Empirical Model-Building and Response Surfaces. New York: Wiley, 1987.
- Box, G. E. P., and Wetz, J., Criteria for Judging Adequacy of Estimation by na Approximate Response Function. *University of Wisconsin Technical Report.*, **9**, 1973.
- Brakel, J. V., Modrý, S., and Svatá, M., Mercury Porosimetry: State of the Art., *Powder Technology*, **29** (1), 1-12, 1981.

- Brasil, Ministério da Agricultura. Regras para Análise de Sementes. Brasília: Secretaria Nacional de Defesa Agropecuária, 188p., 1992.
- Briant J., Phénomènes D'interface - Agent de Surface - Principe et Mode D'action, *Technip*, Paris, p. 340., 1989.
- Brocklehurst, P.A., and Dearman, J., *Seed Science and Technology*, **11**, p. 293-299., 1983.
- Burgesser, F.W., Important Developments in Coated Seeds May Save Time and Money. *The Fruit and Vegetable Review* **11**, p. 18-19., 1949
- Camargo, L. S., As Hortaliças e seu Cultivo., Fundação Cargil, 1989 (Série Técnica, 6).
- Camargo, L.S., As Hortaliças e seu Cultivo. Fundação Cargil 321p., 1981.
- Campbell, G.S., Seed Longevity in Storage is Enhanced by Controlling Water Activity, *Soils News*, **4** (1), 2000.
- Campos T. e de Campos A. T., Medidor de Fluxo de Ar de Baixo Custo. *Revista Ciência e Agrotecnologia*, **23** (2), p. 372-376, 1999.
- Carvalho, B. A., Horta Caseira., *EMPAER*, Campo Grande, 30 p. (EMPAER. Documentos, 18)., 1988.
- Chatterjee, S. and Price, B., Regression Analysis by Example., New York: Wiley, New York, 1977.
- Chatterjee, S.Y., and Hadi, A.S. Sensitivity Analysis In Linear Regression. Ed. Wiley., New York, 1988.
- Chen, C. C., and Morey, R. V., Comparison of Four EMC/ERH Equations., *Transactions of the American Society of Agricultural Engineers*, **32**, p. 983-989, 1989.
- Cherif R., Hemati M., and Laguerie C., Study of Coating of Solid Particles in a Fluidized Bed, *Proc. CHISA '96 - 12th International Congress in Chemical and Process Engineering*, Prague, Czech Republic, 25-30 Aug. 1996.
- Choi M.M.S. and Meisen A., Sulfur Coating of Urea in a Shallow Spouted Beds, *Chem. Engng. Sci.*, **52** (7), pp.1073-1086., 1997.
- Chung, D.S., and Pfoest, H.B., Adsorption and Desorption of Water Vapor by Cereal Grains and their Products. Part II: Development of the General Isotherm Equation. *Transactions of the American Society of Agricultural Engineers*, **10**, p. 552-555., 1967.

- Clarkson, D.T., Factors Affecting Mineral Nutrient Acquisition by Plants. *Annual Review of Plant Physiology*, Palo Alto, **36**, p. 77-115, 1985.
- Cohen, J. H., Kristal, A. R., and Stanford, J. L., Fruit and Vegetable Intakes and Prostate Cancer Risk., *Journal of the National Cancer Institute*, **92**, p. 61-68, 2000.
- Conceição Filho, R. S., Limaverde, J. R., Ataíde, C. H. e Barrozo, M A. S., Análise do Rendimento do Processo e da Qualidade da Semente de Soja Recoberta com Fertilizantes em Leito de Jorro. Anais XXV Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados (ENEMP), **2**, p.534 - 539, São Carlos, 1997.
-
- Conceição Filho R.S., Barrozo M.A.S., Limaverde J.R. and Ataíde C.H., The Use of Spouted Bed Fertilizer Coating Over Soybeans Seeds, *Proc. World Congress on Particle Technology 3*, Brighton, UK, July 6-9, 1998.
- Davies W.L. and Gloor Jr. W.T., Batch Production of Pharmaceutical Granulation in Fluidized Bed I: Effects of Process Variables on Physical Properties of Final Granulation, *J. Pharm. Sci.*, **60**, p. 1869-1874., 1971.
- Derringer, G., & Suich, R. (1980). Simultaneous Optimization of Several Response Variables. *Journal of Quality Technology*, **12**, 214-219.
- Draper, N. R. and Smith, H., *Applied Regression Analysis.*, (2nd Edition). New York: Wiley, 1981.
- Drew, R.L.K., The Effects of Duration and Temperature of Treatment in a Prototype Fluidized-bed Seed Treatment on the Subsequent Germination of Seed of Oilseed Rape *Brassica Napus* L. *Seed Science and Technology*, **17**, p. 7-13, 1987.
- Durrant, M.J., and Loads, A.H., The Effect of Pellet Structure on the Germination and Emergence of Sugar-Beet Seed., *Seed Sci. Technol.*, **14**, p. 343-353., 1986.
- Eldredge H.B. and Drown D.C., Determination of a Significant Factors that Effect Particle Coating Rates in Fluidized Bed, *Proc. World Congress on Particle Technology 3*, Brighton, UK, July 6-9, 1998.
- Evans, J., Wallace, C., Dobrowolski, N., Pritchard., I., and Sullivan, B., Requirement of Field Pea for Inoculation with *Rhizobium* and Lime Pelleting in Soils of Western Australia., *Australian Journal Exp. Agric.*, **33**, p. 767-773., 1993.

- Fairley, R.F., and Draycott, A.P., Manganese Deficiency in Sugar-Beet and the Incorporation of Manganese in the Coating of Pelleted Seed., *Plant and Soil*, **49**, p. 71-83., 1978.
- Fayed, M.E. e Otten, L., Perry's Chemical Engineers' Handbook; 6^a Ed., Seção 8-60 a 8-72, McGraw-Hill (1984).
- Filgueira, F. A. R., Manual de Olericultura: Cultura e Comercialização de Hortaliças., **2** ed. – São Paulo: Ed. Agronômica Ceres, p. 54-57, 1982.
- França Neto, J. B., Pereira, L. A. G., Costa, N. P., Krzyzanowski, f. C. e Henning, A. A., Metodologia do Teste de Tetrazólio em Semente de Soja. Londrina: EMBRAPA-CNPSO. (Documentos), 58p., 1988.
- Geldart D., Types of Gas Fluidization, *Powder Technol.*, **7**, p. 285-292., 1973.
- Gomes, F. P., A Estatística Moderna na Pesquisa Agropecuária., *Associação Brasileira para Pesquisa da Potassa e do Fosfato (POTAFOS)*., 3.^a Edição, Piracicaba-SP, 162 p., 1987.
- Graham, P.H. and Rosas, J.C., Phosphorus Fertilization and Symbiotic Nitrogen Fixation in Common Bean., *Agronomy Journal*, Madison, **71** (6), p. 925-926., 1979.
- Guttay, J.R., Stritzel, J. A., Englehorn, A.J., and Black, C.A., *Agronomy Journal*, **49**, p. 98-101, 1957.
- Hair, J.; Anderson, R.E.; Tatham, R.L. Multivariate Data with Readings. New York : Macmillan., 1984.
- Halmer, P, Technical and Commercial Aspects of Seed Pelleting and Film-Coating., *Application To Seeds And Soil*, in Martin, T.J. (Ed.). British Crop Protection Council, p. 191204., 1988.
- Halsey, G., Physical Adsorption on Non-Uniform Surfaces., *Journal of Chemical Physics*., **16**, p. 931-937., 1948.
- Harrington, Jr. E.C., The Desirability Function., *Industrial Quality Control*, **21** (10), p. 494-498., 1965.
- Heil C., Some Properties of Spout-fluid Beds, PhD thesis, Eindhoven, 1984.

- Henderson, S.M., A basic Concept of Equilibrium Moisture., *Agricultural Engineering.*, **33**, p. 9-32., 1952.
- Hill, H.J. New Developments in Seed Technology. *Proceedings of the Oregon Horticultural Society*, Portland, Oregon **88**, 123-130., 1997.
- Hill, H.J., Recent Developments in Seed Technology., *Journal of New Seeds.*, **1** (1)., p.105-110, 1999.
- Horváth E. and Ormós Z., Film Coating of Dragée Seeds by Fluidized Bed Spraying Methods, *Acta Pharm. Technol.*, **35**, p. 90., 1989a.
-
- Horváth E.H. and Ormós Z., Continuous Film Coating in Fluidized Bed, *Proceedings from 5th Congress on Applied Chemistry*, Balatonfured, Hungary, Sept. 3-7, **2.**, p. 346-351, 1989b.
- Ichikawa, H., and Fukumori, Y., Microgranulation of Pulverized Pharmaceutical Powder with Aqueous Polymeric Dispersion Using a Spouted Bed Process., *Proc. of CHISA '96*, Prague, Czech Republic, 25-30 Aug. P1.122., 1996.
- Iglesias, H.A., and Chirife, J., Prediction of Effect of Temperature on Water Sorption Isotherms of Food Materials., *Journal of Food Technology.*, **11**, p. 109-116., 1976.
- Iley W.J., Effect of Particle Size and Porosity on Particle Film Coatings, *Powder Technol.*, **65**, p. 441-445., 1991.
- INCOTEC – Integrated Coating and Seed Technology[®]., Informações Pessoais, 2001.
- Israel, D.W., Investigation of the Role of Phosphorus in Symbiotic Dinitrogen Fixation., *Plant Physiology.*, Rockville, **84** (3), p. 835-840., 1987.
- Kage H., Takahashi T., Yoshida T., Ogura H. and Matsuno Y., Coating Efficiency of Seed Particles in a Fluidized Bed by Automization of Powder Suspension, *Powder Technol.*, **86**, p. 243-250., 1996.
- Kalwar, M.I., and Raghavan, G.S.V., Circulation of Particles in Two-Dimensional Spouted beds with Draft Plates., *Powder Technology*, **77**, p. 233-242., 1993.
- Kaufman, G., Seed Coating: A Tool for Stand Establishment; a Stimulus to Seed Quality. *HortTechnology*, **1** (1), p. 98-102, 1991.

- Kitamura, S., Watanabe, M., Nakazama, M., Process for Producing Coated Seed, US Patent 4.250.660., 1981.
- Kmiéc A., Hydrodynamics of Flows and Heat Transfer in Spouted Bed, *Chem. Eng. J.*, **19**, p. 189-200., 1980.
- Krigel, I., *Australian Journal of Agricultural Research*, **18**, p. 879-886, 1967.
- Kucharski J. and Kmiéc A. , Hydrodynamics, Heat and Mass Transfer During Coating of Tablets in a Spouted Bed. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* **61**, p. 435–439., 1983.
- Kucharski J. and Kmiéc A., Kinetics of Granulation Process During Coating of Tablets in a Spouted Bed., *Chem. Engng. Sci.*, **44** (8), p. 1627-1636., 1989.
- Kucharski, J. and Kmiéc, A., Analysis of Simultaneous Drying and Coating of Tablets in a Spouted Bed., *Proc. 5th International Drying Symposium, IDS'86*, Cambridge, MA, 13-16 August, Paper No. II/17P, p. 204-217, 1986.
- Kucharski, J. and Kmiéc, A., The Effect of Process Parameters on Mass Distributions and the Efficiency of Tablet coating in a Spouted Bed., *Proc. 6th International Drying Symposium, IDS'88*, Versailles, 5-8 September, Paper No. II, p. PA27-PA31, 1988.
- Kunii D. and Levenspiel O., Fluidization Engineering, Betterworth-Heinmann, MA, USA, 1991.
- Labuza, T.P., Kaanane, A., and Chen, J.Y., Effect of Temperature on the Moisture Sorption Isotherms and Water Activity Shift of Two Dehydrated Foods. *Journal of Food Science*, **50**, p. 385-391., 1985.
- Laicher A. *et al*, Aqueous Coating of Pellets to a Sustained-release Dosage Forms in a Fluid Bed Coater, *Pharm. Ind.*, **55** (12), p. 1113-1116., 1993.
- Lakon, G., The Topographical Tetrazolium Method for Determining the Germinating Capacity of Seeds", *Plant Physiology*, Bethesda, **24**, p.389-394., 1949.
- Langan, T.D., Pendleton, J.W. and Oplinger, E.S., Peroxide Coated Seed Emergence in Water-Saturated Soil. *Agronomy Journal* **78**, 769772., 1986.
- Lehmann K. and Dreher D., Coating of Tablets and Small Particles with Acrylic Resins by Fluid Bed Technology, *Int. J. Pharm, Tech. & Prod. Mfr.*, **2** (4), p. 31-43., 1981.

- Levoguier, C., Fetsch, D., Thielmann, F., and Attwool, P., Innovative Techniques for the Characterisation of the Sorption of Moisture and Volatile Organic Compounds in the Environment., *Asian Environmental Technology*., **5** (1) Annual Buyers' Guide 2001/2002.
- Lewis, W. J., and Welbaum, G. E., Changes in Broccoli *Brassica Oleracea* L. Seed Weight, Viability, and Vigor During Development and Following Drying and Priming. *Seed Science and Technology*., **24**, p. 127-137., 1996.
- Link K. R. and Schlünder E-U., Fluidized Bed Spray Granulation Investigation of the Coating Process on a Single Sphere, *Chem. Eng. Proc.*, **36**, p. 443-457., 1997.
- Litster J.D. and Sarwono R., Fluidized Drum Granulation; Studies of Agglomeration Formation, *Powder Technol.*, **88**, p. 165-172, 1996.
- Liu L.X. and Litster J.D., Spouted Bed Seed Coating: the effect of process variables on maximum coating rate and elutriation, *Powder Technol.*, **74**, p. 215-230., 1993b.
- Liu, L. X. and Litster, J. D., Coating Mass Distribution from a Spouted Bed Seed Coater: Experimental and Modelling Studies. *Powder Technology*, **74**, p. 259-270, 1993a.
- Longden, P. C., Sugar Beet Seed Pelleting. *ADAS Q. Review*, **18**, p. 73-80, 1975.
- Lowell, S. and Shields, J. E., Power Surface area and Porosity Ed. Chapman and Hall (Third Edition), 1991.
- Lucas, K.B.C., Lima, F.F., Andrade, S.A., e Barrozo, M.A.S., Analysis of the Coating over Soybean Seeds with Inoculating Agent and Micronutrients Using the Spouted Bed., *Recent Progress in Genie des Proceds.*, **14**(76), p. 419-426, 2000.
- Lucas, K.B.C., Limaverde, J.R., e Barrozo, M.A.S., Influência das Vazões do Ar de Jorro e de Atomização no Recobrimento de Sementes de Soja em Leito de Jorro., *Anais do XXVI Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados (ENEMP)*.. p. 277-282, Teresópolis, RJ, 1998.
- Luchmeah, R.S., and Cooke, R.C., Pelleting of Seed with the Antagonist *Pythium Oligandrum* for Biological Control of Damping-off. *Plant Pathol.*, **34**, p. 528-531., 1985.

- Makishima, N., O Cultivo de Hortaliças., *EMBRAPA-CNPQ*, Brasília, 116 p. (Coleção Plantar, 4), 1993.
- Maronga S., On the Optimization of the Fluidized Bed Particulate Coating Process, Ph. D. Thesis, Royal Institute of Technology, Stockholm, 70 p., 1998.
- Mathur, K. B. e Epstein, N. Spouted Beds. Academic Press, New York, 1974.
- Maude, R.B, and Bambridge, J.M., Effects of Sed Treatments and Storage on the Incidence of *Phoma Betae* and the Viability of Infected Red Beet Seeds., *Plant Pathol.*, **34**, p. 435-437., 1985.
-
- McGee, D.C., Advances in Seed Treatment Technology. *Proceedings of the Asia and Pacific Seed Association*. New Delhi, APSA, Technical report no. 11. p. 1-14 in McNicoll, A. (Ed.). 1995.
- Mello, S. C., Spinola, M. C. M., e Minami, K., Métodos de Avaliação da Qualidade Fisiológica de Sementes de Brócolos., *Scientia Agrícola.*, **56** (4), p. 1151-1155., 1999.
- Menkov, N.D., Moisture Sorption Isotherms of Lentil Seeds at Several Temperatures, *J. Food Engineering*, **44**, p. 205-211, 2000a.
- Menkov, N.D., Moisture Sorption Isotherms of Chickpea Seeds at Several Temperatures, *J. Food Engineering*, **45**, p. 189-194, 2000b.
- Menkov, N.D., Moisture Sorption Isotherms of Vetch Seeds at Four Temperatures, *J. Agric. Engineering Research*, **76**, p. 373-380, 2000c.
- Micromeritics Instrument Corporation., AccuPyc 1330 user's manual, USA, 1997b.
- Micromeritics Instrument Corporation., AutoPore III user's manual, USA, 1997a.
- Micromeritics®, The Science and Technology of Small Particles., www.micromeritics.com, april, 2003.
- Mohsenin N. N., Physical properties of plant and animal materials. **Vol. 1**. New York: Gordon and Breach Scientific Publishers. New York, New York P 112-123, 1970.
- Molzahn, G., and Raiss, G., Seed Pelleting of Wild Flower Species., *Hortic. Abst.*, **55** (4), p. 286 (abs. 2789), 1985.

- Murayama, S., Horticultura. 2.ed. Campinas, Instituto Campineiro de Ensino Agrícola, p. 128-135, 1973.
- Muroyama K. and Fan L.-S., Fundamentals of Gas-Liquid-Solid Fluidization, *AIChE J.*, **31**, p. 1, 1985.
- Nascimento, W.M., Silva, J.B.C., e Márton, L., Qualidade Fisiológica de Sementes Peletizadas de Tomate Durante o Armazenamento. *Inf. ABRATES*, **3** (3), P. 47, (Resumo 54), 1993.
- Neergaard, P., Seed Pathology, Vols. I, II., John Wiley & Sons, NY., 1977.
-
- Ni, B.R., Seed Coating, Film Coating And Pelleting., *Seed industry and agricultural development*. Beijing, China Agriculture Press, in Chinese Association of Agricultural Sciences, DOA, Ministry of Agriculture, PR China and China National Seed Group Corporation (Ed.), p. 737747, 1997.
- Nichols, F. P., Improvements in and Relating to the Production on Granular Compositions Such as Fertilizers. Brit. Patent No. 1.039.177 to ICI Ltd., London, 1966 (filed 1963).
- Nienow A.W. and Rowe P.N., Particulate Growth and Coating in a Gas-Fluidized Bed, In; *Fluidization*, (Davidson J.F., Cliff R. and Harrison D., eds), Chap. 17, Academic Press, London, 1985.
- Nienow A.W., Fluidized Bed Granulation and Coating: Application to Materials, Agriculture and Biotechnology, *Chem. Eng. Comm.*, **139**, pp. 233-253., 1995.
- Nukiyama, S., and Tanasawa, Y., *Trans. Soc. Mech. Eng. Japan*, **63** (5), 1939, in: Perry and Green; Chemical Engineers Handbook., 6th ed. International Edition. McGraw Hill Book Co., Singapore, 1988.
- Oliveira W.P., Study of Tablet Coating by Spouted Bed Process With and Without a Draft Tube, *Proc. World Congress on Particle Technology 3*, Brighton, UK, July 6-9, 1998.
- Oliveira, W.P., Recobrimento de Partículas em Leito de Jorro, Dissertação de Mestrado, UFSCar, Centro de Ciências e Tecnologia, São Carlos, 1992.
- Oswin, C.R., The Kinetics of Package Life. III. Isotherm., *Journal of the Society of Chemical Industry, London*, **65**, p. 419-421, 1946.

- Ota, Y., Promotion of Emergence and Establishment of Rice Seedlings by using Calcium Peroxide-Coated Seeds in Direct Sowing on Flooded Paddy Fields., *Japan Agricultural Research Q.*, **15** (4), p. 221-226, 1982.
- Ower, E., and Pankhurst, R.C., The Measurement of Air Flow., 5th Ed. New York: Gordon and Breach Science. Cap. 2-3, 734 p., 1977.
- Ozanne, P.G., and Asher, C.J., *Australian Journal Agricultural Research*, **16**, p. 773-784., 1965.
- Parfitt, R.L., Anion Adsorption by Soils and Soil Materials., *Adv. Agron.*, **30**, p. 1-50, 1978.
- Parikh, D.M., Airflow in Batch Fluid-Bed Processing., *Pharmaceutical Technology*, 1991.
- Passos, M.L., and Mujumdar, A.S., Effect of Cohesive Forces on Fluidized and Spouted Beds of Wet Particles., *Powder Technology*, **110**, p. 222-238, 2000.
- Pavarini, P.J., and Coury, J.R., Granulation of an Insoluble Powder in a Spouted Bed., *Powder, Technology*. **53**, p. 97-103, 1987.
- Perry, D.A., Seed Vigor and Seedling Establishment., *Adv. Res. Technol. Seeds.*, **2**, p. 62-85., 1976.
- Pfost, H.B, Mourer, S.G., Chung, D.S., and Milliken, G.A., Summarizing and Reporting Equilibrium Moisture Data for Grains. *American Society Agricultural Engineers*, Paper No. 76-3520. St. Joseph, Michigan, 1976.
- Pinto J.F., Identification and Selection of Factors that Most Affect Granule's Growth. In: Glatt, Editor, *Proceedings of the 10th International Glatt Symposium on Process Technology, Prague, October 12-13*, 2000.
- Porter, F.E., and Kaerwer, H.E., Coated Seeds and Methods., U.S. Patent No. 3,808,740 (7 May), 1974.
- Puzzi, D., Abastecimento e Armazenagem de Grãos., Campinas: Instituto Campineiro de Ensino Agrícola. 603 p., 1986.
- Reay D. and Baker C.G.J., Drying, In: *Fluidization*, (Davidson J.F., Cliff R. and Harrison D., eds), Academic Press, London ,pp. 529-562., 1985.
- Roberts, E.H., and Ellis, R.H., Water and Seed Survival., *Annals of Botany*. **63**. p. 39-52., 1989.

- Roberts, E.H., Viability of Seeds., Chapman and Hall, London, 1972.
- Robinson, T., and Waldie, B., Dependency of Growth on Granule Size in a Spouted Bed Granulator. *Trans. Inst. Chem. Eng.*, **57**, p. 121-127, 1979.
- Rocha, F. E. C., e Marouelli, W. A., Semeadora com Mecanismo tipo Correia Perfurada., *Informativo Agropecuário*., Belo Horizonte, **15** (169), p. 17-19, 1991.
- Rocha, F. E. C., Miranda, J. E. C., e Marouelli, W. A., Semeadura de Sementes Pequenas., *Informativo Agropecuário*, Belo Horizonte, **15** (169), p. 13-16, 1991.
- Romankov, P. G., and Rashkovskaya, N. B., Drying In A Suspended State, 2nd. ed., in Russian. Chem. Publ. House, Leningrad Branch, 1968.
- Roos, E.E., and Moore, F.D., *J. Am. Soc. Hortic. Sci.*, **100**, p. 573-576, 1975.
- Roos, E.E., Storage Behavior of Pelleted, Tableted, and Taped Lettuce Seed., *J. Am. Soc. Hortic. Sci.*, **104**, p. 283-288, 1979.
- Rossetto, C.A., Kaufmann, L., Neto, J.J. e Franco, A.A., Embebição de Sementes de Soja em Solução de Fosfato de Patássio., *Pesq. Agropec. Bras.*, Brasília, **37** (3), p. 385-392, 2002.
- Rumpf, H., Particle Adhesion – Research and Applications, in: K. V. S. Sastry Ed., *Agglomeration 77*, New York, AIME, p. 97-129., 1977.
- SAA-SP (Secretaria de Agricultura e Abastecimento do Estado de São Paulo), Padrões de Sementes, São Paulo, 1998.
- Sachs, M., Cantliffe, D.J. and Nell, T.A., Germination Of Clay-Coated Sweet Pepper Seeds., *Journal of the American Society for Horticultural Sciences* **106**, p. 385389, 1981.
- Saleh K., Parard M. and Hemati M., Experimental Study of Fluidized Bed Coating: Effects of Particle Size and Structure in Growth Kinetics, *Proc. World Congress on Particle Technology 3*, Brighton, UK, July 6-9, 1998.
- Sanders, B., Drying, Handling and Storage. In *Oilseed Rape Book*, p. 131-137, Cambridge Agricultural Publishing., 1981.

- Santos, M. A. T., Caracterização Química das Folhas de Brócoli e Couve-flor (*Brassica oleracea* L.) para Utilização na Alimentação Humana., Tese de Mestrado – UFLA – Universidade Federal de Lavras, 2000.
- Sastry, K.V.S, and Fuerstenau, D.W., Mechanism of Agglomerate Growth in Green Pelletisation., *Powder Technoloty*, **7**, p. 97-105., 1973.
- Schaefer T. and Worts O., Control of Fluidized Bed Granulation I. Effects of Spray Angle, Nozzle Height and Starting Materials on Granule Size and Size Distribution, *Arch. Pharm. Chemi. Sci. Ed.*, **5**, p. 51-60., 1977.
- Schubert H., Principles of agglomeration. *International Chemical Engineering* **21** (3), p. 363–377, 1981.
- Scott, J.M, Blair, G.J and Andrews, A.C., The Mechanics of Coating Seeds in a Small Rotating Drum., *Seed Science and Technology* **25**, 281-292., 1997.
- Scott, J.M., Seed Coatings and Treatments and their Effects on Plant Establishment. *Advances in Agronomy* **42**, p. 4383., 1989.
- Seber, G.A.F., Linear Regression Analysis., Wiley. New York, 1977.
- Seed Dynamics Inc., The Seed Preparation Professionals, in *Seed Quest®: Information Services for Seed Professionals*, <http://www.seedquest.com> / Copyright © 1992-2003 SeedQuest® - All rights reserved.
- Seiffert, N. F. e Miranda, C. B. H. Recomendações para Inoculação e Peletização de Sementes de Leguminosas Forrageiras Tropicais. Campo Grande, MS, EMBRAPA-CNPQC. *Comunicado Técnico*, **17**, 1983.
- Sharples, G.C., and Gentry. J.P., Lettuce Emergence from Vermiculite Seed Tablets Containing Activated Carbon and Phosphorus. *HortScience* **15**, p. 73-75., 1980.
- Sharples, G.C., Lettuce Seed Coating for Enhanced Seedling Emergence., *Hortscience.*, **16**, p. 661-662., 1981.
- Shinohara, S., Vegetable Seed Production Technology of Japan Elucidated with Respective Variety Development Histories. Particulars., **Volume I** Shinoharas Authorized Agricultural Consulting Engineer Office, 4-7-7, Nishiiooi, Shinagawa-Ku, Tokyo, 1984.

- Shippen, J. M., and Turner, J. C., Basic Farm Machinery., 2.Ed. Oxford: Pergamon Press, Cap. 27: Sugar-beet crop machinery., 1978.
- Silva, J. B. C., Avaliação de Métodos e Materiais para Peletização de Sementes. Tese de Doutorado – UNESP – Faculdade de Ciências Agronômicas do Campus de Botucatu, 1997.
- Silva, J. B. C., Santos, P. E. C., e Nascimento, W. M., Desempenho de Sementes Peletizadas de Alface em Função do Material Cimentante e da Temperatura de Secagem dos Péletes., *Hortic. Bras.*, **20** (1), P. 67-70, 2002a.
- Silva, J.V., Carvalho, A.C., e Maluf, W.R., Cultura dos Brócolos (*Brassica Oleracea Var. Italica*)., *Boletim Técnico de Hortaliças.*, **73**, 1ª Edição, Universidade Federal de Lavras, Março, 2002b.
- Smith P.G. and Nienow A.W., On Atomizing a Liquid Into Gas Fluidized Bed., *Chem. Engng. Sci.*, **37**, p. 950-954., 1982
- Smith P.G. and Nienow A.W., Particle Growth Mechanisms in Fluidized Bed Granulation., *Chem. Engng. Sci.*, **38** (8), p. 1223-1231, 1233-1240., 1983.
- Sooter, C. A. e Millier, W., The Effect of Pellet Coatings on the Seedling Emergence from Lettuce Seed. *Trans. Am. Soc. Agric. Eng.* **21**, 1034-1039, 1978.
- Souza, F.H.D., Preparo de Soluções Neutras de Tetrazólio, EMBRAPA-CNPQC. *Comunicado Técnico*, **51**, 1994.
- StatSoft, Inc., Statistica for Windows Version 5.5, Tulsa, OK, 1984-2003.
- Stout, D.G., Hall, J.W., Brooke, B.M., Baalim, G., and Thompson, D.J., Effect of Storage Temperature and time on Viability of Rhizobia on Lime-Coated alsike Clover (*Trifolium Hybridum*) Seed., *J. Agric. Sci.*, **120**, p. 205-211., 1993.
- Taylor, A.G, Grabe, D.F. and Paine, D.H., Moisture Content and Water Activity Of Pelleted and Film-Coated Seeds. *Seed Technology* **19**, 2432., 1997.
- Taylor, A.G. and Eckenrode, C.J. Seed Coating Technologies to Apply Trigard for The Control of Onion Maggot and to Reduce Pesticide Application. in *Efforts pertinent to the integrated pest management effort at Cornell University*. NYS IPM Publication #117. P. 7378, 1993.

- Taylor, A.G., Allen, P.S, Bennett, M.A., Bradford, K.J., Burris, J.S., and Misra, M.K, Seed Enhancements, *Seed Science Research*, **8**, p. 245-256, 1998.
- Teunou, E. and Poncelet D., Batch and Continuous Fluid Bed Coating – Review and State of the Art, *Journal of Food Engineering*, **53** (4), p.325-340, 2002.
- Thiel W.J. and Nguyen L.T., Fluidised Bed Film Coating of an Ordered Powder Mixture to Produce Microencapsulated Ordered Units, *J. Pharm. Pharmacol.*, **36**, p. 145-152., 1984.
- Thiel W.J. and Sberna F.J., Fluidized Bed Film Coating of an Interactive Powder Mixture to Produce Microcapsulated 2-5 μm Particles, *J. Pharm. Pharmacol.*, **38**, p. 166-171., 1986.
- Thompson, T.L., Peart, R.M., and Foster, G.H., Mathematical Simulation of Corn Drying – a New Model., *Transactions of the ASAE*, **11**, p. 582-586, 1968.
- Tonkin, J. H. B., Pelleting and other Pre-Sowing Treatments. In: Thomson, J.R. (Ed.) *Advances in Research and Technology of Seeds part 9*., Pudoc, Wageningen: ISTA, p. 95-127, 1984.
- Tonkin, J.H.B., Pelleting and other Pre-Sowing Treatments., *Advances in Research and Technology of Seeds*., (J.R. Thomson, ed.), Part 4, p. 84-105, Pudoc, Wageningen, 1979.
- Trigo, L.F., Peske, S.T., Gastal, M.F., Vahl, L.C. e Trigo, M.F., O Efeito do Conteúdo de Fósforo na Semente de Soja sobre o Rendimento da Planta Subseqüente., *Revista Brasileira de Sementes*, Brasília, **19** (1), p. 111-115., 1997.
- Turhan, M., and Gunasekaran, S., Water Vapour Adsorption Properties of Fuzzy and Starch-Coated Cottonseeds., *Biosystems Engineering*, **83** (2), p. 175-184, 2002.
- Uemaki, O. and Mathur, K. B., Granulation of Ammonium Sulphate Fertilizer in a Spouted Bed. Unpublished work, Univ. of Brit. Columbia, Vancouver, can., 1972; also, K. M. Ma. B.A.Sc. thesis, Univ. of Brit. Columbia, Vancouver, Can., 1973.
- Van den Berg, C., and Bruin, S., Water Activity and its Estimation in Food Systems: Theoretical Aspects. In *Water Activity: Influences on Food Quality* (Rockland L.B.; Stewart, G.F., Eds.), p. 1-61, Academic Press, London, 1981.

- Van den Berg, C., Description of Water Activity of Foods for Engineering Purposes by Means of the GAB Model of Sorption., in *Engineering and Foods*. (Mckenna, B.M. ed.), p. 119-131, Elsevier, New York, 1984.
- Vartha, E.W., and Clifford, P.T.P., *New Zealand Journal Exp. Agric.*, **1**, p. 39-43., 1973a.
- Vartha, E.W., and Clifford, P.T.P., *New Zealand Journal Exp. Agric.*, **1**, p. 181-186., 1973b.
- Vasconcellos, C.A., Durães, F.O.M., Ribeiro, R.A., e Magalhães, P.C., Peletização de Sementes de Sorgo com Calcário e com Termofosfato e sua Influência na Absorção de Fósforo e de Potássio., *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, **24**, p. 545-551, 2000.
-
- Veltchev, Z.N., and Menkov, N.D., Desorption Isotherms of Apples at Several Temperatures., *Drying Technology*, **18**, p. 1127-1138., 2000.
- Washburn, E.W., Note on a Method of Determining the Distribution of Pore Sizes in a Porous Material, *Proc. Natn. Acad. Sci.*, **7**, 115-116, 1921.
- Webb, P., and Orr, C., *Analytical Methods in Fine Particle Technology.*, USA, Micromeritics Instrument corporation, 1997.
- Weiss P.J. and Meisen A., Laboratory Studies on Sulphur-Coating Urea by the Spouted Bed Process, *Can. J. Chem. Engng.*, **61**, p. 440-447., 1983
- Whitehead A.B., Behaviour of Fluidized Bed System., *Int. J. Pharm, Technol. Prod. Manuf.*, **2** (4), p. 13-18., 1981.
- Wnukowski P. and Settewal F., The Coating of Particles in a Fluidized Bed (Residence Time Distribution in a System of Two Coupled Perfect Mixers), *Chem. Engng. Sci.*, **44** (3), p. 493-505., 1989.
- Wnukowski P., On the Coating of Particles in Fluid Bed Granulator - Modeling and Simulation of the Residence-time Distribution in Different Processing Units., PhD Thesis, Royal Institute of Technology, Stockholm, 1989.
- Wurr, D.C.E., Fellows, J.R., and Hmbidge, A. J., The Effect of Plant Density on Calabrese Growth and its Use in a Predictive Model., *Journal of Horticultural Science*, **67**, p. 77-85, 1992.

- Wurr, D.C.E., Fellows, J.R., and Hmbidge, A. J., The Influence of Field Environmental Conditions on Calabrese Growth and Development., *Journal of Horticultural Science*, **66**, p. 495-504, 1991.
- Würster D.E., Means for Applying Coatings to Tablets or Like. *Journal of the American Pharmaceutical Association* **48** (8), p. 451., 1950.
- Würster, D.E., Method of applying coatings to tablets or the like., *U.S. Patent* 2, 648.609, 1953.
- Yvon J., Thomas F., Villieras F. and Michot L.J., Surface-Activity of Water. In: D. Chulia, M. Deleuil and Y. Pourcelot, Editors, *Handbook of Powder Technology, 9: Powder Technology and Pharmaceutical Processes*, Elsevier, Netherlands, 1994.

APÊNDICE A

DEFINIÇÃO DE TERMOS

AP.A1 PELETIZAÇÃO

Apesar de não fazer parte do dicionário oficial da língua portuguesa, o termo "*peletização*" é amplamente utilizado em vários setores da indústria brasileira, como por exemplo, peletização de rações, de plásticos, de minérios, dentre outros. Na indústria de sementes, o termo peletização, adaptado do inglês "*pelleting*" ou "*pelletizing*", refere-se a um dos processos de recobrimento visando o aumento aparente do tamanho das sementes para facilitar a semeadura (Silva, 1997). No presente trabalho, os termos "*peletização*" e seu derivado "*pélete*" foram exclusivamente utilizados para descrever respectivamente, o processo de granulação de sementes e o produto resultante.

AP.A2 MATERIAIS DE ENCHIMENTO OU RECHEIOS

São substâncias inertes, as quais se apresentam tanto como uma mistura de muitos diferentes tipos de minerais e/ou substâncias orgânicas, ou como um único componente. A função destes materiais é alterar o tamanho, a forma e o peso das sementes de maneira a facilitar a semeadura. Dentre muitos materiais utilizados, estão incluídos: calcário, gesso, talco, vermiculita, terra diatomácea, argila caolim e argila bentonita. (Kitamura et al., 1981 e Porter e Kaerwer, 1974)

AP.A3 MATERIAIS CIMENTANTES, ADESIVOS OU LIGANTES

São também substâncias inertes que têm a função de manter coesos os materiais de enchimento. Uma lista geral pode ser obtida de patentes, dentre os quais citam-se: goma arábica, gelatina, metil celulose e carboxil metil celulose (Kitamura et al., 1981 e Porter e Kaerwer, 1974).

AP.A4 RECOBRIMENTO

Para evitar confusão, as sementes processadas neste trabalho foram unicamente denominadas "*péletes*". Porém, variavelmente os materiais aderidos a essas sementes foram expressos como "*coberturas*", "*revestimentos*" ou "*recobrimientos*", ao passo que os termos "*recobrimento de sementes*" e "*revestimento de sementes*" referem-se ao processo geral

envolvendo peletização ou filmes de recobrimento (Roos e Moore, 1975), e neste sentido só foam mencionados aqui de forma específica para explicar ou descrever o processo utilizado pelas indústrias de sementes.

AP.A5 PELETIZAÇÃO EM LEITO DE JORRO

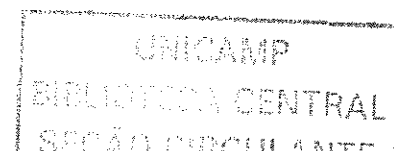
Na literatura sobre os leitos de jorro é comum encontrar trabalhos com os termos “recobrimento” e “granulação” como técnicas para o processamento de partículas para fins industrialmente diversificados. O termo *recobrimento em leito de jorro* refere-se ao processo em que apenas uma pequena quantidade de materiais é aderida às partículas sem alterar seus tamanhos e suas propriedades originais, e para o termo *granulação em leito de jorro*, uma quantidade substancial de materiais é aderida, ocorrendo o crescimento das partículas durante a operação.

Por outro lado, a terminologia adotada pelas indústrias de sementes envolve o termo “recobrimento de sementes” tanto nos processos de peletização, quanto em filmes de recobrimento, indicando uma contraposição com o termo “recobrimento em leitos de jorro”, que é citado na literatura apenas para os processos envolvendo os filmes ou revestimentos que não alteram o peso e o tamanho das sementes.

Em adição, não foram encontrados trabalhos referindo-se ao termo “*peletização de sementes em leitos de jorro*”, talvez por se tratar de uma denominação específica das indústrias de sementes e, além disso, são raros os trabalhos relacionados à granulação, especificamente de sementes em leitos de jorro. Conseqüentemente, a escolha do termo peletização, introduzido no título desta tese, foi meramente arbitrário, uma vez que estes termos se equivalem. Contudo, o termo “granulação” é citado neste trabalho para referir-se aos mecanismos do processo ou para generalizar o fenômeno.

AP.A6 AGLOMERAÇÃO

É a formação indesejável, que ocorre quando duas ou mais partículas se agregam para formar uma maior. Dentre os mecanismos de formação dos aglomerados, destacam-se a solidificação de pontes líquidas, ligações líquidas de materiais muito aderentes ou ligações moleculares (Rumpf, 1977).



Para o presente trabalho, os termos "*gêmeos*", "*péletes múltiplos*" e "*bolas de neve*", referem-se, respectivamente aos aglomerados com dois péletes de tamanhos similares; aglomerados com três a cinco péletes; e aglomerados formados por mais de cinco péletes podendo crescer até atingir tamanhos consideráveis.

APÊNDICE B

TABELAS DE ESTIMATIVA DOS EFEITOS

Tabela AP.B1 – Estimativa dos efeitos sobre a eficiência do processo de peletização.

Fator	Efeito	σ	t (2) *	Lim. Conf. -95%	Lim. Conf. 95%	Significância
Média Global	60,78	0,58	104,16	58,26	63,29	Significativo
Curvatura	38,12	2,23	17,06	28,50	47,73	Significativo
(1) Q _s	13,45	1,17	11,53	8,43	18,47	Significativo
(2) T _e	-0,20	1,17	-0,17	-5,22	4,82	-
(3) C _s	-9,70	1,17	-8,31	-14,72	-4,68	Significativo
(12)	6,90	1,17	5,91	1,88	11,92	Significativo
(13)	3,80	1,17	3,26	-1,22	8,82	-
(23)	2,55	1,17	2,19	-2,47	7,57	-
(123)	-1,35	1,17	-1,16	-6,37	3,67	-

* Efeitos padronizados = Efeito/ σ (com 2 graus de liberdade)

Tabela AP.B2 – Estimativa dos efeitos sobre as perdas por elutriação.

Fator	Efeito	σ	t (2) *	Lim. Conf. -95%	Lim. Conf. 95%	Significância
Média Global	21,91	0,66	33,30	19,08	24,74	Significativo
Curvatura	-28,89	2,52	-11,47	-39,73	-18,05	Significativo
(1) Q _s	-11,78	1,32	-8,95	-17,44	-6,11	Significativo
(2) T _e	-1,57	1,32	-1,20	-7,24	4,09	-
(3) C _s	6,23	1,32	4,73	0,56	11,89	Significativo
(12)	-8,38	1,32	-6,36	-14,04	-2,71	Significativo
(13)	-4,18	1,32	-3,17	-9,84	1,49	-
(23)	,43	1,32	0,32	-5,24	6,09	-
(123)	-4,18	1,32	-3,17	-9,84	1,49	-

* Efeitos padronizados = Efeito/ σ (com 2 graus de liberdade)

Tabela AP.B3 – Estimativa dos efeitos sobre as perdas por aderência às paredes do leito.

Fator	Efeito	σ	t (2) *	Lim. Conf. -95%	Lim. Conf. 95%	Significância
Média Global	12,43	0,65	18,99	9,61	15,24	Significativo
Curvatura	-1,98	2,51	-0,79	-12,76	8,80	-
(1) Q _s	-2,50	1,31	-1,91	-8,13	3,13	-
(2) T _e	3,25	1,31	2,48	-2,38	8,88	-
(3) C _s	2,35	1,31	1,80	-3,28	7,98	-
(12)	3,60	1,31	2,75	-2,03	9,23	-
(13)	0,70	1,31	0,54	-4,93	6,33	-
(23)	-1,15	1,31	-0,88	-6,78	4,48	-
(123)	6,90	1,31	5,27	1,27	12,53	Significativo

* Efeitos padronizados = Efeito/ σ (com 2 graus de liberdade)

Tabela AP.B4 – Estimativa dos efeitos sobre as perdas por aderência ao corpo do bico.

Fator	Efeito	σ	t (2) *	Lim. Conf. -95%	Lim. Conf. 95%	Significância
Média Global	4,08	0,43	9,56	2,24	5,91	Significativo
Curvatura	-5,62	1,63	-3,44	-12,64	1,41	-
(1) Q _s	-0,65	0,85	-0,76	-4,32	3,02	-
(2) T _e	-1,20	0,85	-1,41	-4,87	2,47	-
(3) C _s	0,50	0,85	0,59	-3,17	4,17	-
(12)	-1,90	0,85	-2,23	-5,57	1,77	-
(13)	-0,90	0,85	-1,06	-4,57	2,77	-
(23)	-0,65	0,85	-0,76	-4,32	3,02	-
(123)	-0,15	0,85	-0,18	-3,82	3,52	-

* Efeitos padronizados = Efeito/ σ (com 2 graus de liberdade)

Tabela AP.B5 – Estimativa dos efeitos sobre o aumento de massa das sementes peletizadas.

Fator	Efeito	σ	t (2) *	Lim. Conf. -95%	Lim. Conf. 95%	Significância
Média Global	1,63	0,014	118,24	1,57	1,69	Significativo
Curvatura	1,82	0,053	34,52	1,59	2,05	Significativo
(1) Q _s	0,30	0,028	11,04	0,19	0,42	Significativo
(2) T _e	0,06	0,028	2,24	-0,06	0,18	-
(3) C _s	-0,61	0,028	-22,30	-0,73	-0,50	Significativo
(12)	0,43	0,028	15,74	0,32	0,55	Significativo
(13)	0,01	0,028	0,28	-0,11	0,13	-
(23)	-0,01	0,028	-0,42	-0,13	0,11	-
(123)	-0,17	0,028	-6,09	-0,29	-0,05	Significativo

* Efeitos padronizados = Efeito/ σ (com 2 graus de liberdade)

Tabela AP.B6 – Estimativa dos efeitos sobre o crescimento de tamanho dos péletes.

Fator	Efeito	σ	t (2) *	Lim. Conf. -95%	Lim. Conf. 95%	Significância
Média Global	1,35	0,008	175,29	1,31	1,380	Significativo
Curvatura	0,43	0,029	14,60	0,30	0,556	Significativo
(1) Q _s	0,08	0,015	5,19	0,01	0,146	Significativo
(2) T _e	0,01	0,015	0,63	-0,06	0,076	-
(3) C _s	-0,10	0,015	-6,82	-0,17	-0,039	Significativo
(12)	0,09	0,015	6,10	0,03	0,160	Significativo
(13)	0,03	0,015	1,90	-0,04	0,095	-
(23)	-0,01	0,015	-0,83	-0,08	0,053	-
(123)	0,02	0,015	0,99	-0,05	0,081	-

* Efeitos padronizados = Efeito/ σ (com 2 graus de liberdade)

Tabela AP.B7 – Estimativa dos efeitos sobre a uniformidade de massa dos péletes.

Fator	Efeito	σ	t (2) *	Lim. Conf. -95%	Lim. Conf. 95%	Significância
Média Global	1,35	0,06	21,55	1,08	1,62	Significativo
Curvatura	0,25	0,24	1,06	-0,78	1,28	-
(1) Q _s	0,38	0,12	3,02	-0,16	0,92	-
(2) T _e	-0,06	0,12	-0,46	-0,60	0,48	-
(3) C _s	0,12	0,12	0,98	-0,42	0,66	-
(12)	-0,03	0,12	-0,26	-0,57	0,51	-
(13)	0,19	0,12	1,50	-0,35	0,73	-
(23)	-0,17	0,12	-1,34	-0,71	0,37	-
(123)	-0,10	0,12	-0,82	-0,64	0,44	-

* Efeitos padronizados = Efeito/ σ (com 2 graus de liberdade)

Tabela AP.B8 – Estimativa dos efeitos sobre a uniformidade de tamanho dos péletes.

Fator	Efeito	σ	t (2) *	Lim. Conf. -95%	Lim. Conf. 95%	Significância
Média Global	1,26	0,05	25,04	1,04	1,47	Significativo
Curvatura	-0,43	0,19	-2,22	-1,25	0,40	-
(1) Q _s	0,24	0,10	2,42	-0,19	0,67	-
(2) T _e	0,00	0,10	0,02	-0,43	0,43	-
(3) C _s	0,23	0,10	2,32	-0,20	0,66	-
(12)	-0,11	0,10	-1,07	-0,54	0,32	-
(13)	0,01	0,10	0,12	-0,42	0,44	-
(23)	-0,25	0,10	-2,47	-0,68	0,18	-
(123)	-0,19	0,10	-1,87	-0,62	0,24	-

* Efeitos padronizados = Efeito/ σ (com 2 graus de liberdade)

APÊNDICE C

TABELAS E GRÁFICOS DAS DISTRIBUIÇÕES DE MASSA E TAMANHO DOS PÉLETES

AP.C1 – VALORES DOS DIÂMETROS E DAS MASSAS DAS SEMENTES PELETIZADAS E DESPELETIZADAS NOS ENSAIOS DE OTIMIZAÇÃO

Tabela AP.C1 – Diâmetros das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 1 a 3.

NÚMERO DE SEMENTES	DIÂMETROS GEOMÉTRICOS (mm)					
	Ensaio 1		Ensaio 2		Ensaio 3	
	Pel. *	Desp. **	Pel. *	Desp. **	Pel. *	Desp. **
1	2,92	2,16	2,97	1,83	2,93	2,12
2	3,45	2,00	2,78	1,87	2,80	1,88
3	2,43	1,95	3,48	2,18	2,10	1,68
4	2,56	1,90	3,16	2,05	3,12	2,12
5	2,98	1,92	2,99	2,13	3,44	2,31
6	3,41	2,02	2,18	1,60	2,53	1,91
7	3,26	2,39	2,53	1,63	2,51	1,93
8	2,42	1,69	2,61	1,74	2,73	1,87
9	3,24	2,26	2,99	2,01	3,10	2,02
10	3,62	2,30	2,57	1,73	2,46	1,93
11	2,78	2,01	3,20	2,23	2,31	1,88
12	2,26	1,55	3,33	2,19	2,41	1,86
13	3,07	2,24	3,14	1,94	3,13	2,05
14	2,93	1,97	2,83	1,93	2,59	1,89
15	3,00	1,95	1,69	1,59	2,58	1,91
\bar{d}^g	2,96	2,02	2,83	1,91	2,72	1,96
σ_d	0,41	0,22	0,46	0,22	0,37	0,15
$\delta_d (-)$	1,23		1,42		1,77	

* Sementes peletizadas

** Sementes despeletizadas

Tabela AP.C3 – Diâmetros das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 7 a 9.

NÚMERO DE SEMENTES	DIÂMETROS GEOMÉTRICOS (mm)					
	Ensaio 7		Ensaio 8		Ensaio 9	
	Pel.*	Desp.**	Pel.*	Desp.**	Pel.*	Desp.**
1	2,58	2,00	2,50	2,00	2,42	1,72
2	2,47	1,86	2,44	1,89	2,58	2,00
3	2,09	1,68	2,49	1,87	2,82	2,08
4	2,29	1,72	2,25	1,82	2,24	1,65
5	2,41	1,76	2,12	1,64	2,75	2,57
6	2,66	1,91	2,86	2,27	2,21	1,72
7	1,98	1,55	2,52	1,90	2,73	2,01
8	2,35	1,81	2,06	1,65	1,93	1,62
9	2,86	2,13	2,15	1,74	2,16	1,74
10	2,31	1,88	2,24	1,71	2,56	1,94
11	1,95	1,67	2,35	1,85	1,99	1,67
12	2,53	1,89	2,22	1,68	2,53	1,95
13	2,41	1,92	2,44	1,97	2,15	1,59
14	2,64	2,12	2,20	1,73	2,09	1,72
15	2,58	1,95	2,42	2,05	2,14	1,69
\bar{d}^g	2,41	1,86	2,35	1,85	2,35	1,84
σ_d	0,26	0,16	0,21	0,17	0,29	0,26
δ_d (-)	1,22		0,94		0,89	

* Sementes peletizadas
 ** Sementes despeletizadas

Tabela AP.C4 – Diâmetros das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 10 e 11.

NÚMERO DE SEMENTES	DIÂMETROS GEOMÉTRICOS (mm)			
	Ensaio 10		Ensaio 11	
	Pel. *	Desp. **	Pel. *	Desp. **
1	2,34	1,55	2,31	1,95
2	2,85	2,02	2,47	1,79
3	2,31	1,82	2,58	1,84
4	2,53	2,11	1,92	1,42
5	1,73	1,43	2,73	2,04
6	2,26	1,84	2,78	2,21
7	1,95	1,69	2,51	2,09
8	1,89	1,45	2,10	1,90
9	1,94	1,47	2,45	1,87
10	2,22	1,62	2,37	1,78
11	2,38	1,90	1,97	1,64
12	2,92	1,98	2,56	1,93
13	2,66	2,04	2,80	2,19
14	2,09	1,57	2,69	1,75
15	2,63	1,85	2,96	2,20
\bar{d}^g	2,31	1,76	2,48	1,91
σ_d	0,36	0,23	0,31	0,22
$\delta_d (-)$	1,17		1,07	
* Sementes peletizadas				
** Sementes despeletizadas				

Tabela AP.C5 – Massas das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 1 a 3.

NÚMERO DE SEMENTES	MASSAS (g)					
	Ensaio 1		Ensaio 2		Ensaio 3	
	Pel.*	Desp.**	Pel.*	Desp.**	Pel.*	Desp.**
1	0,0204	0,0059	0,0191	0,0056	0,0213	0,0070
2	0,0315	0,0071	0,0171	0,0049	0,0195	0,0065
3	0,0135	0,0048	0,0301	0,0070	0,0082	0,0036
4	0,0141	0,0045	0,0251	0,0064	0,0219	0,0066
5	0,0282	0,0072	0,0200	0,0066	0,0301	0,0083
6	0,0365	0,0084	0,0085	0,0027	0,0130	0,0052
7	0,0271	0,0069	0,0134	0,0043	0,0122	0,0050
8	0,0074	0,0058	0,0149	0,0047	0,0148	0,0056
9	0,0271	0,0069	0,0228	0,0071	0,0233	0,0071
10	0,0345	0,0089	0,0131	0,0043	0,0121	0,0048
11	0,0188	0,0054	0,0240	0,0073	0,0103	0,0045
12	0,0120	0,0038	0,0306	0,0076	0,0117	0,0053
13	0,0217	0,0063	0,0269	0,0070	0,0241	0,0060
14	0,0218	0,0064	0,0173	0,0052	0,0144	0,0057
15	0,0289	0,0070	0,0041	0,0036	0,0155	0,0063
16	0,0164	0,0054	0,0109	0,0034	0,0139	0,0055
17	0,0196	0,0054	0,0259	0,0065	0,0162	0,0059
18	0,0255	0,0069	0,0214	0,0057	0,0121	0,0052
19	0,0277	0,0078	0,0170	0,0058	0,0102	0,0046
20	0,0197	0,0060	0,0142	0,0049	0,0136	0,0053
21	0,0267	0,0070	0,0166	0,0054	0,0143	0,0060
22	0,0203	0,0057	0,0128	0,0042	0,0098	0,0041
23	0,0305	0,0086	0,0198	0,0066	0,0165	0,0066
24	0,0251	0,0069	0,0139	0,0044	0,0151	0,0063
25	0,0105	0,0032	0,0277	0,0073	0,0202	0,0063
26	0,0170	0,0050	0,0119	0,0041	0,0164	0,0062
27	0,0156	0,0048	0,0095	0,0035	0,0134	0,0053
28	0,0179	0,0053	0,0144	0,0048	0,0113	0,0048
29	0,0295	0,0062	0,0147	0,0048	0,0168	0,0060
30	0,0194	0,0058	0,0245	0,0068	0,0214	0,0063
\bar{m}	0,0222	0,0062	0,0181	0,0054	0,0158	0,0057
σ_m	0,0073	0,0013	0,0067	0,0014	0,0050	0,0010
δ_m (-)	1,51		1,47		1,87	

* Sementes peletizadas

** Sementes despeletizadas

Tabela AP.C6 – Massas das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 4 a 6.

NÚMERO DE SEMENTES	MASSAS (g)					
	Ensaio 4		Ensaio 5		Ensaio 6	
	Pel.*	Desp.**	Pel.*	Desp.**	Pel.*	Desp.**
1	0,008	0,004	0,018	0,006	0,010	0,004
2	0,011	0,005	0,014	0,005	0,022	0,008
3	0,011	0,005	0,016	0,006	0,009	0,004
4	0,011	0,005	0,010	0,004	0,015	0,005
5	0,014	0,007	0,015	0,006	0,014	0,006
6	0,004	0,002	0,018	0,007	0,019	0,007
7	0,010	0,005	0,012	0,004	0,017	0,007
8	0,012	0,006	0,012	0,005	0,022	0,008
9	0,010	0,005	0,010	0,004	0,014	0,005
10	0,013	0,006	0,011	0,006	0,028	0,007
11	0,006	0,003	0,011	0,004	0,017	0,007
12	0,014	0,006	0,015	0,006	0,018	0,007
13	0,013	0,006	0,007	0,003	0,010	0,004
14	0,013	0,006	0,008	0,004	0,013	0,005
15	0,009	0,004	0,015	0,006	0,020	0,008
16	0,014	0,006	0,011	0,005	0,014	0,006
17	0,011	0,005	0,014	0,006	0,019	0,007
18	0,007	0,004	0,013	0,005	0,018	0,007
19	0,015	0,007	0,012	0,005	0,017	0,006
20	0,004	0,002	0,015	0,006	0,008	0,003
21	0,011	0,006	0,011	0,004	0,013	0,005
22	0,008	0,004	0,011	0,005	0,018	0,007
23	0,007	0,004	0,014	0,005	0,006	0,003
24	0,014	0,007	0,022	0,007	0,010	0,004
25	0,008	0,004	0,010	0,004	0,010	0,004
26	0,011	0,005	0,011	0,005	0,014	0,006
27	0,016	0,008	0,014	0,006	0,012	0,005
28	0,006	0,003	0,018	0,007	0,011	0,004
29	0,018	0,008	0,011	0,004	0,014	0,005
30	0,005	0,003	0,027	0,009	0,014	0,005
\bar{m}	0,0104	0,0051	0,0135	0,0052	0,0148	0,0056
σ_m	0,0036	0,0016	0,0042	0,0013	0,0048	0,0015
$\delta_m (-)$	1,08		1,29		1,21	

* Sementes peletizadas

** Sementes despeletizadas

Tabela AP.C7 – Massas das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 7 a 9.

NÚMERO DE SEMENTES	MASSAS (g)					
	Ensaio 7		Ensaio 8		Ensaio 9	
	Pel.*	Desp.**	Pel.*	Desp.**	Pel.*	Desp.**
1	0,0146	0,0062	0,0124	0,0063	0,0121	0,0065
2	0,0132	0,0062	0,0106	0,0050	0,0172	0,0085
3	0,0091	0,0045	0,0111	0,0052	0,0180	0,0087
4	0,0104	0,0049	0,0086	0,0045	0,0091	0,0053
5	0,0111	0,0048	0,0091	0,0044	0,0173	0,0086
6	0,0163	0,0071	0,0164	0,0074	0,0096	0,0054
7	0,0062	0,0031	0,0149	0,0066	0,0161	0,0087
8	0,0098	0,0047	0,0081	0,0042	0,0075	0,0045
9	0,0176	0,0072	0,0080	0,0040	0,0081	0,0048
10	0,0101	0,0053	0,0097	0,0046	0,0133	0,0072
11	0,0066	0,0036	0,0092	0,0040	0,0078	0,0046
12	0,0135	0,0040	0,0100	0,0050	0,0127	0,0070
13	0,0125	0,0058	0,0116	0,0055	0,0089	0,0054
14	0,0127	0,0070	0,0089	0,0045	0,0085	0,0050
15	0,0147	0,0064	0,0119	0,0056	0,0082	0,0049
16	0,0120	0,0052	0,0095	0,0044	0,0140	0,0070
17	0,0095	0,0044	0,0113	0,0053	0,0062	0,0036
18	0,0092	0,0047	0,0100	0,0053	0,0085	0,0052
19	0,0201	0,0083	0,0102	0,0049	0,0051	0,0033
20	0,0079	0,0037	0,0052	0,0029	0,0118	0,0067
21	0,0097	0,0049	0,0098	0,0050	0,0101	0,0053
22	0,0095	0,0043	0,0101	0,0050	0,0085	0,0054
23	0,0036	0,0019	0,0110	0,0051	0,0114	0,0063
24	0,0062	0,0032	0,0086	0,0046	0,0063	0,0037
25	0,0135	0,0062	0,0098	0,0049	0,0098	0,0057
26	0,0154	0,0066	0,0111	0,0055	0,0072	0,0046
27	0,0154	0,0065	0,0087	0,0046	0,0099	0,0058
28	0,0140	0,0063	0,0083	0,0040	0,0131	0,0076
29	0,0159	0,0068	0,0073	0,0035	0,0040	0,0027
30	0,0047	0,0025	0,0107	0,0051	0,0078	0,0051
\bar{m}	0,0115	0,0052	0,0101	0,0049	0,0103	0,0058
σ_m	0,0040	0,0015	0,0021	0,0009	0,0036	0,0016
δ_m (-)	1,17		1,17		1,27	

* Sementes peletizadas

** Sementes despeletizadas

Tabela AP.C8 – Massas das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios 10 e 11.

NÚMERO DE SEMENTES	MASSAS (g)			
	Ensaio 10		Ensaio 11	
	Pel.*	Desp.**	Pel.*	Desp.**
1	0,0154	0,0061	0,0085	0,0052
2	0,0186	0,0070	0,0149	0,0074
3	0,0133	0,0046	0,0139	0,0071
4	0,0173	0,0067	0,0179	0,0088
5	0,0132	0,0052	0,0061	0,0038
6	0,0123	0,0051	0,0132	0,0058
7	0,0067	0,0029	0,0090	0,0054
8	0,0082	0,0060	0,0120	0,0066
9	0,0161	0,0078	0,0152	0,0061
10	0,0166	0,0067	0,0129	0,0069
11	0,0062	0,0037	0,0108	0,0049
12	0,0114	0,0049	0,0117	0,0068
13	0,0101	0,0047	0,0050	0,0034
14	0,0142	0,0056	0,0084	0,0053
15	0,0149	0,0065	0,0113	0,0050
16	0,0185	0,0065	0,0100	0,0048
17	0,0117	0,0050	0,0132	0,0073
18	0,0102	0,0054	0,0160	0,0088
19	0,0165	0,0064	0,0172	0,0087
20	0,0174	0,0066	0,0074	0,0046
21	0,0130	0,0068	0,0141	0,0057
22	0,0109	0,0048	0,0095	0,0055
23	0,0134	0,0056	0,0148	0,0066
24	0,0150	0,0069	0,0171	0,0086
25	0,0133	0,0057	0,0080	0,0049
26	0,0047	0,0022	0,0103	0,0047
27	0,0137	0,0058	0,0133	0,0057
28	0,0086	0,0051	0,0061	0,0037
29	0,0104	0,0046	0,0136	0,0059
30	0,0153	0,0060	0,0046	0,0022
\bar{m}	0,0129	0,0056	0,0115	0,0059
σ_m	0,0036	0,0012	0,0037	0,0016
$\delta_m (-)$	1,28		1,15	

* Sementes peletizadas

** Sementes despeletizadas

**AP.C2 – VALORES DOS DIÂMETROS E DAS MASSAS DAS SEMENTES PELETIZADAS
E DESPELETIZADAS NOS ENSAIOS EM CONDIÇÕES OTIMIZADAS**

Tabela AP.C9 – Diâmetros das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios em condições otimizadas.

NÚMERO DE SEMENTES	DIÂMETROS GEOMÉTRICOS (mm)			
	Bentonita pura		Polvilho 0,8%	
	Pel.*	Desp.**	Pel.*	Desp.**
1	3,31	2,22	3,34	2,27
2	3,12	2,06	3,08	2,14
3	3,05	2,09	2,74	1,89
4	3,28	2,33	2,88	2,02
5	2,93	2,05	3,30	2,20
6	3,16	2,21	3,38	2,43
7	3,13	2,22	3,05	2,18
8	3,37	2,21	3,11	2,05
9	3,28	2,23	3,04	2,09
10	3,04	2,30	3,07	2,11
11	3,34	2,22	2,86	2,12
12	3,20	2,08	3,18	2,01
13	3,07	2,24	3,19	2,10
14	3,18	2,29	2,96	2,12
15	2,91	2,07	3,20	2,29
\bar{d}^g	3,16	2,19	3,09	2,13
σ_d	0,14	0,09	0,18	0,13
$\delta_d (-)$	1,05		0,97	
* Sementes peletizadas				
** Sementes despeletizadas				

Tabela AP.C10 – Massas das sementes peletizadas e despeletizadas nos ensaios em condições otimizadas.

NÚMERO DE SEMENTES	MASSAS (g)			
	Ensaio 10		Ensaio 11	
	Pel.*	Desp.**	Pel.*	Desp.**
1	0,0272	0,0082	0,0249	0,0076
2	0,0253	0,0071	0,0241	0,0072
3	0,0274	0,0080	0,0218	0,0069
4	0,0258	0,0077	0,0229	0,0071
5	0,0209	0,0076	0,0205	0,0055
6	0,0269	0,0083	0,0249	0,0080
7	0,0250	0,0079	0,0208	0,0068
8	0,0291	0,0081	0,0197	0,0064
9	0,0246	0,0077	0,0226	0,0072
10	0,0221	0,0078	0,0206	0,0069
11	0,0295	0,0088	0,0189	0,0064
12	0,0270	0,0071	0,0205	0,0066
13	0,0226	0,0077	0,0236	0,0080
14	0,0284	0,0088	0,0185	0,0058
15	0,0230	0,0072	0,0230	0,0068
16	0,0301	0,0079	0,0233	0,0074
17	0,0211	0,0074	0,0190	0,0062
18	0,0212	0,0077	0,0202	0,0065
19	0,0207	0,0063	0,0183	0,0062
20	0,0229	0,0074	0,0195	0,0067
21	0,0250	0,0085	0,0246	0,0076
22	0,0200	0,0073	0,0259	0,0082
23	0,0233	0,0075	0,0223	0,0074
24	0,0284	0,0075	0,0209	0,0069
25	0,0270	0,0086	0,0165	0,0057
26	0,0250	0,0072	0,0200	0,0068
27	0,0243	0,0083	0,0265	0,0080
28	0,0223	0,0067	0,0270	0,0085
29	0,0265	0,0087	0,0253	0,0082
30	0,0273	0,0088	0,0187	0,0062
\bar{m}	0,0250	0,0078	0,0218	0,0070
σ_m	0,0029	0,0006	0,0027	0,0008
$\delta_m (-)$	1,41		1,12	

* Sementes peletizadas

** Sementes despeletizadas

AP.C3 – GRÁFICOS DAS DISTRIBUIÇÕES DE MASSA E TAMANHO DAS SEMENTES PELETIZADAS E DESPELETIZADAS NOS ENSAIOS DE OTIMIZAÇÃO

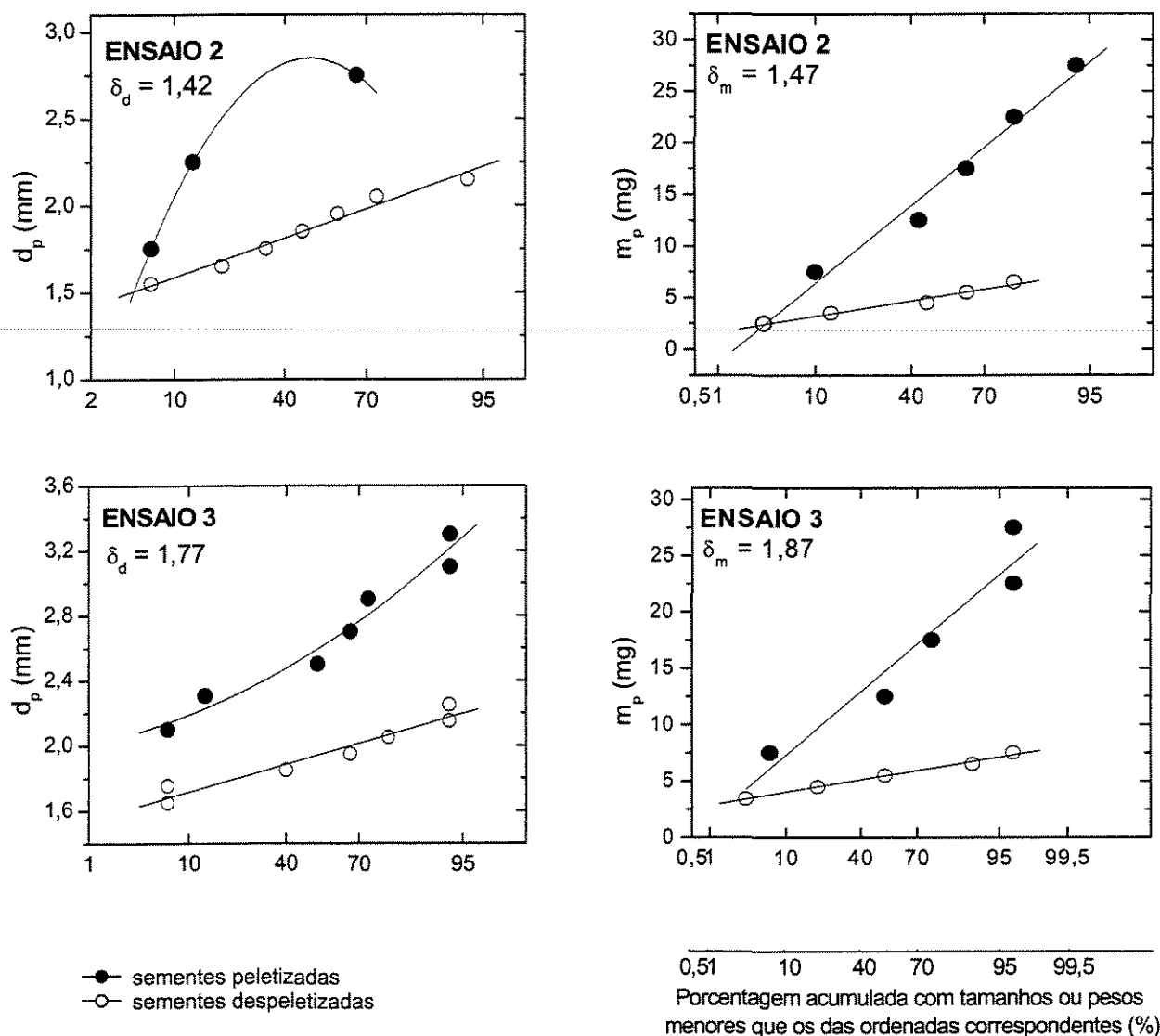
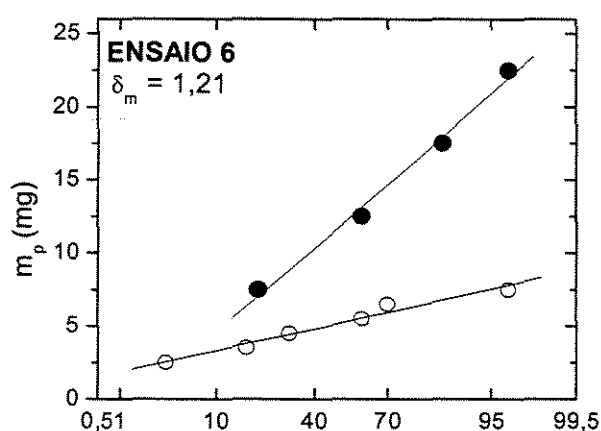
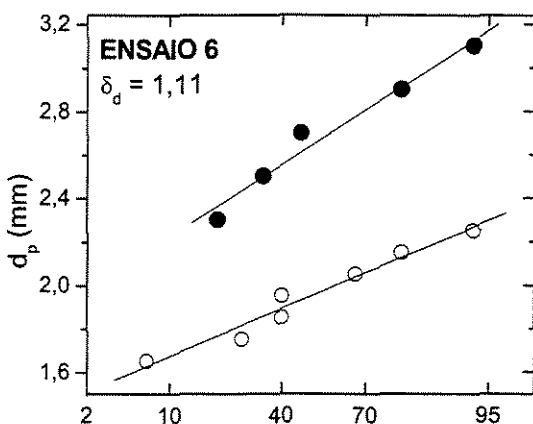
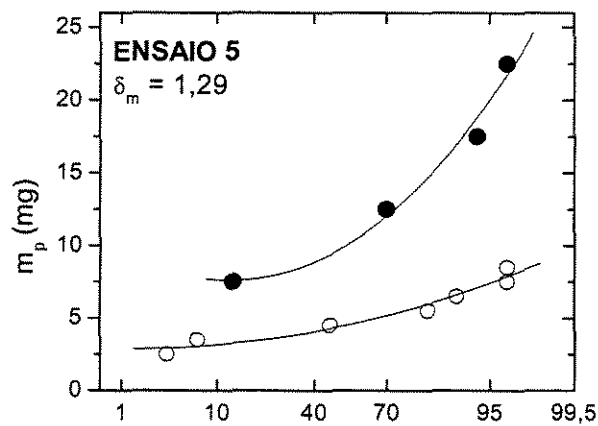
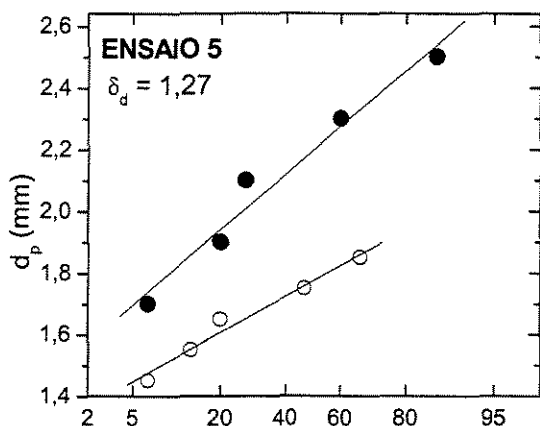
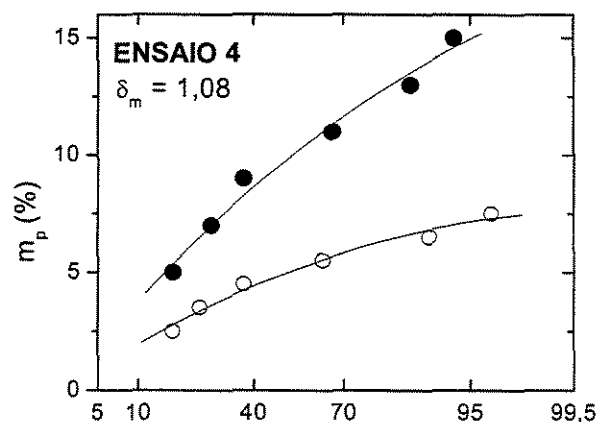
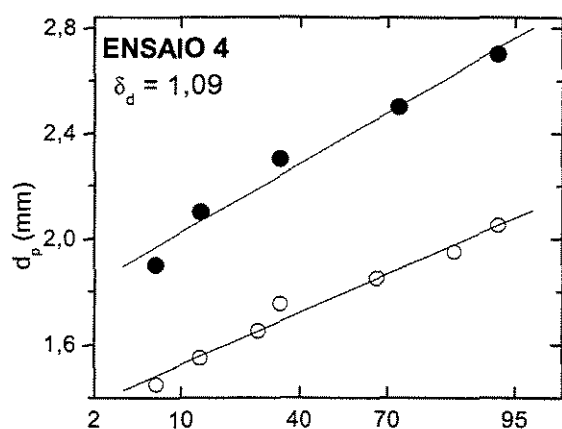


Figura AP.C1 – Distribuição granulométrica e distribuição mássica das sementes peletizadas e despeletizadas para os ensaios 2 e 3.



● sementes peletizadas
○ sementes despeletizadas

0,51 10 40 70 95 99,5
Porcentagem acumulada com tamanhos ou pesos menores que os das ordenadas correspondentes (%)

Figura AP.C2 – Distribuição granulométrica e distribuição mássica das sementes peletizadas e despeletizadas para os ensaios 4, 5 e 6.

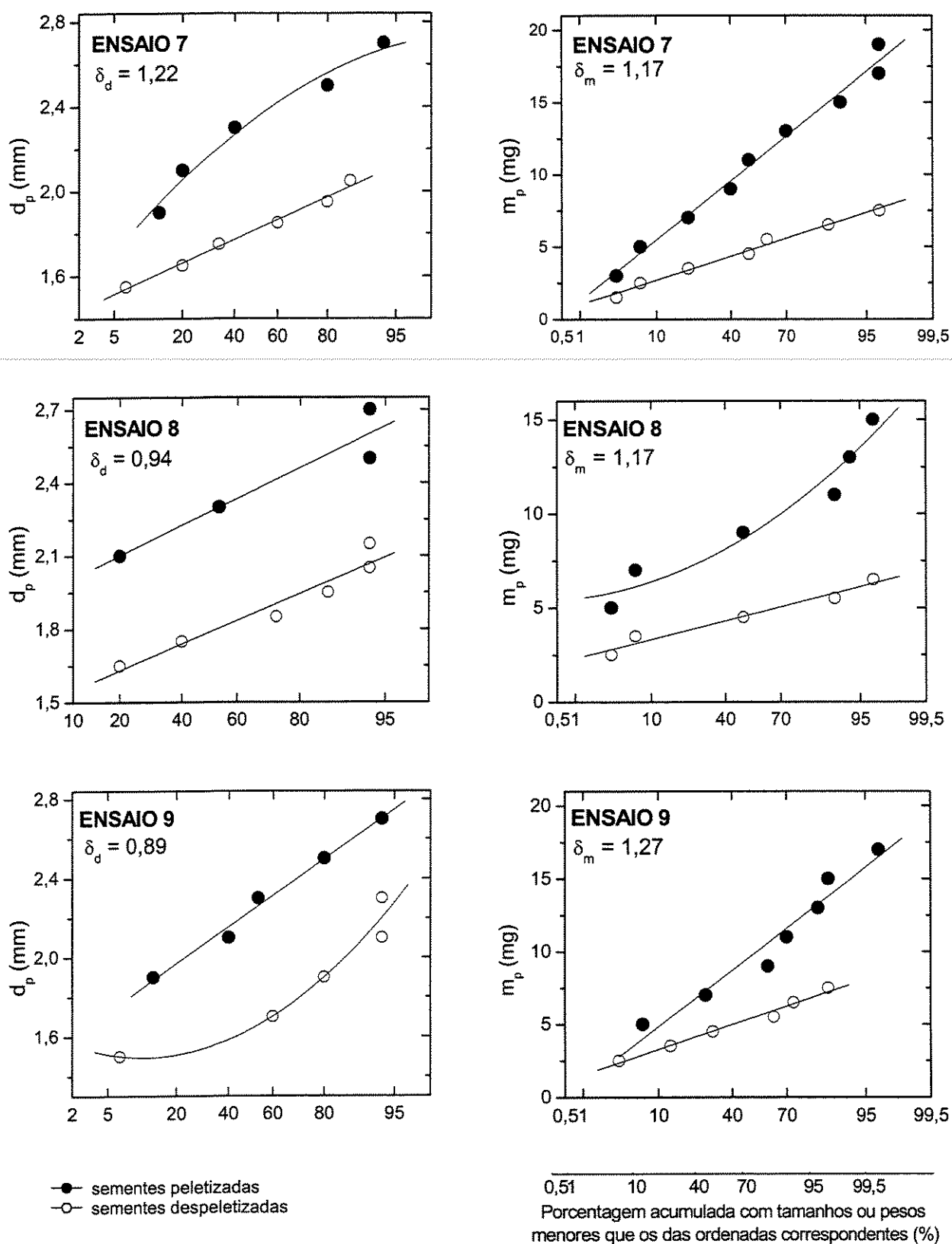


Figura AP.C3 – Distribuição granulométrica e distribuição mássica das sementes peletizadas e despeletizadas para os ensaios 7, 8 e 9.

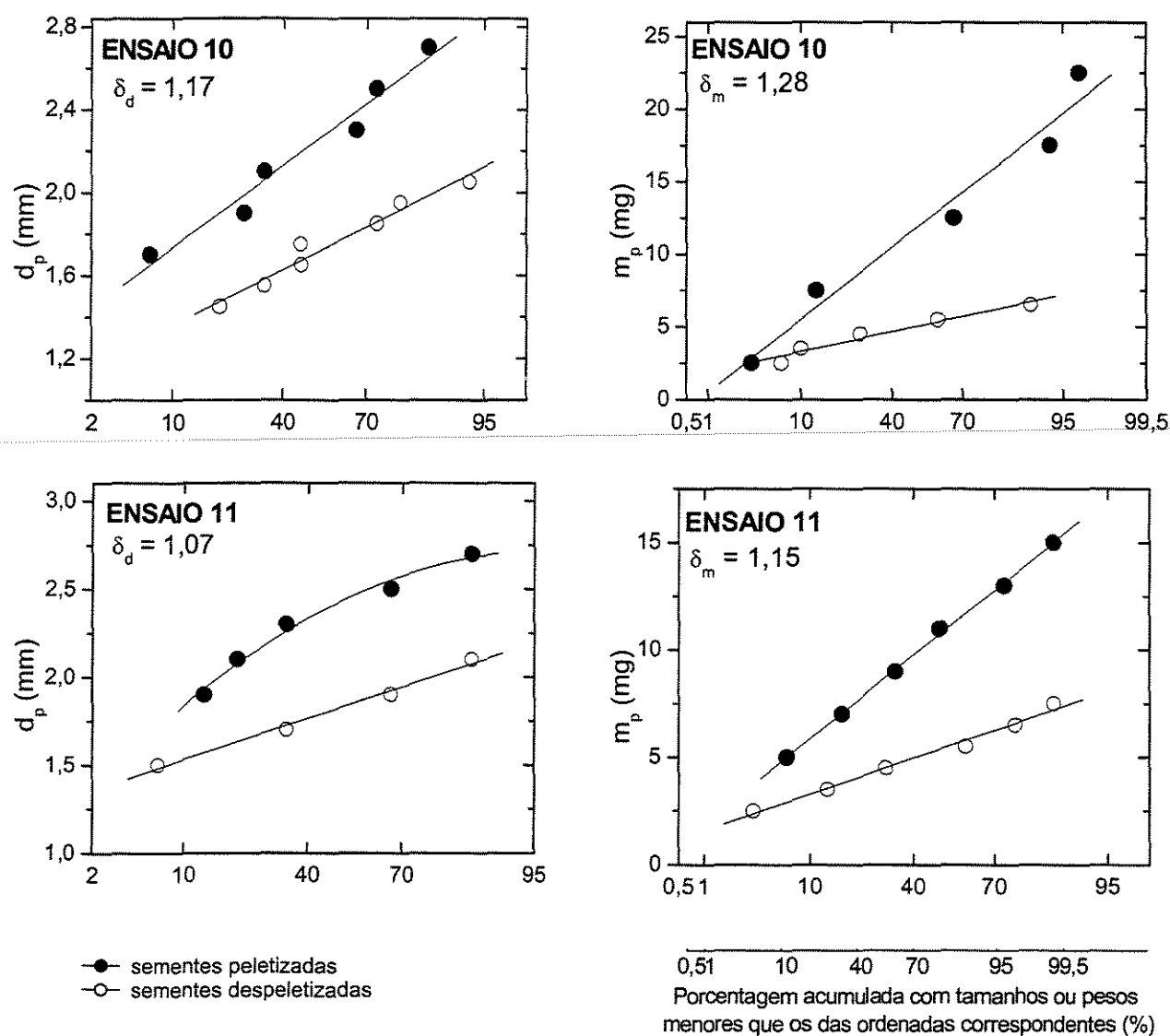


Figura AP.C4 – Distribuição granulométrica e distribuição mássica das sementes peletizadas e despeletizadas para os ensaios 10 e 11.

ANEXO A

DETERMINAÇÃO DA POROSIDADE E DENSIDADE DAS SEMENTES

AN.A1 POROSIDADE DAS SEMENTES

A porosidade das sementes de brócolos foi determinada através do método da porosimetria por injeção de mercúrio, utilizando-se o equipamento AutoPore III, produzido pela Micromeritics. Utilizou-se o equipamento no Laboratório de Uso Comum (LUC) da Faculdade de Engenharia Química da UNICAMP.

A porosimetria por injeção de mercúrio tem sido extensivamente utilizada como uma técnica experimental para se caracterizar vários aspectos dos materiais porosos e dos pós. A técnica foi proposta em 1921 por Washburn, que sugeriu ser possível obter a distribuição de diâmetros de poros a partir dos dados de pressão-volume durante a penetração de um material poroso pelo mercúrio.

O princípio do método, descrito por Brakel *et al.* (1981), baseia-se no fato de que o mercúrio se comporta como um fluido não-molhante em relação à maior parte das substâncias. Por consequência, não penetra espontaneamente em pequenos furos ou fissuras destes materiais a menos que se aplique uma pressão sobre ele.

Se uma amostra de um sólido poroso é encerrada num recipiente dotado de um capilar, sendo feito o vácuo sobre a mesma e sendo preenchido o recipiente e o capilar com mercúrio, ao se aumentar a pressão sobre o líquido este penetrará nos poros da amostra reduzindo seu nível no capilar.

Registrando-se a redução do nível de mercúrio no capilar, juntamente com a pressão aplicada, uma curva porosimétrica é obtida informando que volume de poros do material foi penetrado pelo mercúrio a uma dada pressão.

Esta redução do mercúrio livre é detectada pelo penetrômetro do AutoPore III, que consiste de um capilar conectado ao compartimento da amostra (Figura A1). O espaço entre a amostra e o capilar da haste é completado com mercúrio, a baixas pressões, no início da análise. O equipamento pode determinar as distribuições de tamanhos de poros com tamanho variando de 0,003 a 360 μ m (Micromeritics, 2003).

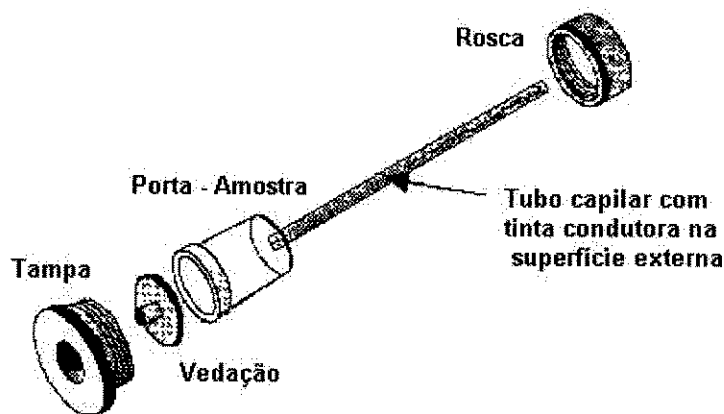


Figura AN.1 - Penetrômetro e componentes de vedação (Micromeritics, 1997a)

A relação entre a pressão aplicada e o tamanho do poro, dentro do qual o mercúrio é intrudido, é dada pela equação de Washburn:

$$DP = -4\gamma \cos \alpha \quad (\text{A.1})$$

Em que:

- D - diâmetro do poro,
- P - pressão exercida,
- γ - tensão superficial,
- α - o ângulo de contato.

O volume de mercúrio V que penetra nos poros é medido diretamente como uma função da pressão aplicada. Esta informação P - V serve como caracterização da estrutura do poro (WEBB e ORR, 1997). Não importando a geometria do poro e o modelo utilizado para descrevê-lo, o volume de mercúrio forçado para dentro dos poros (e para dentro dos espaços vazios) aumenta com o aumento da pressão.

Os valores da densidade do material são derivados de testes com o mercúrio. Para a determinação da densidade envelope necessita-se saber o volume total da amostra, antes de dos poros serem preenchidos; e dividindo o peso da amostra pelo seu volume tem-se o valor procurado. Portanto, o volume da amostra desejado é encontrado pela subtração do volume do penetrômetro vazio pelo do mercúrio que ocupa o espaço não preenchido pela amostra.

A determinação do volume de vazios ocupado pelo mercúrio requer a obtenção prévia da massa do penetrômetro vazio M_p , da massa de amostra M_a , e da massa total do

penetrômetro cheio M , incluindo o mercúrio. A massa de mercúrio M_{Hg} no penetrômetro é portanto a massa total menos as massas de amostra e do penetrômetro. Dividindo pela densidade do mercúrio ρ_{Hg} tem-se o volume de mercúrio V_{Hg} :

$$V_{Hg} = \frac{M_{Hg}}{\rho_{Hg}} = \frac{M - M_p - M_a}{\rho_{Hg}} \quad (A.2)$$

Se V_p é o volume do penetrômetro vazio, o volume envelope da amostra V_e é o volume do penetrômetro menos o volume de mercúrio. A densidade envelope da amostra é portanto:

$$\rho_e = \frac{M_a}{V_p - V_{Hg}} \quad (A.3)$$

O volume absoluto da amostra V_a é determinado pela subtração do volume total de mercúrio preenchido nos poros V_T com o obtido em análises de alta pressão do volume envelope da amostra V_e . Dividindo a massa da amostra por este valor tem-se a densidade real ou absoluta (ρ_r):

$$\rho_r = \frac{M_a}{V_e - V_T} \quad (A.4)$$

Por fim, a porosidade real da amostra é calculada por:

$$\varepsilon_r = \left(1 - \frac{\rho_e}{\rho_a} \right) 100 \quad (A.5)$$

AN.A2 MASSA ESPECÍFICA REAL DAS SEMENTES

A massa específica real das sementes de brócolos foi determinada através do método da picnometria a gás, utilizando-se o equipamento Accu Pyc 1330, produzido pela Micromeritics. Utilizou-se o equipamento no Laboratório de Uso Comum (LUC) da Faculdade de Engenharia Química da UNICAMP.

A massa específica real (ρ_r) é definida como a proporção da massa pelo volume ocupado por essa massa; portanto, a contribuição do volume feita pelos poros ou pelos vazios internos deve ser desconsiderada quando medida a massa específica verdadeira (Lowell E Shields, 1991). E, a massa específica da partícula (ρ_p) é definida como a massa da partícula dividida pelo volume da partícula, incluindo os poros internos fechados.

A densidade real, também denominada verdadeira, absoluta ou esqueleto (ρ_r) é calculada pela seguinte equação (Webb E Orr, 1997):

$$\rho_r = \frac{M}{V_a} \quad (A.6)$$

em que: M - peso da amostra seca

V_a – volume da amostra.

O volume das partículas pode ser obtido através do uso de equipamentos denominados picnômetros. Ele é determinado a partir do aumento do volume do líquido através da adição de partículas no líquido; ou no caso de um meio gasoso, o volume é determinado pelo aumento da quantidade do volume ou da pressão.

Transdutores de pressão de alta resolução e estáveis têm levado ao desenvolvimento de um novo tipo de picnômetro que é por intrusão de gás Hélio, que oferece simplicidade de operação, aliado a velocidade e precisão (Lowell E Shields, 1991). Esse método determina o volume da amostra, da qual a massa específica pode ser derivada automaticamente se o peso da amostra for conhecido, medindo a mudança de pressão do gás em um volume determinado.

A Figura A2 mostra um diagrama esquemático de um picnômetro automático que tem fixado o tamanho da câmara de amostra. Como pode ser visto, o sistema é bastante simples, consistindo em duas câmaras, um medidor de pressão e três válvulas (ACCUPYC 1330 USER'S MANUAL, 1997).

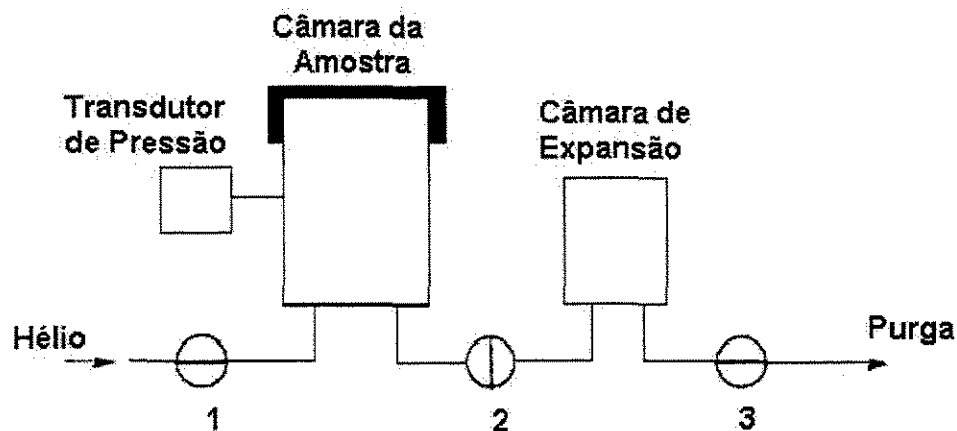


Figura AN.2 - Diagrama esquemático de um picnômetro de gás Hélio (Micromeritics, 1997b).

A calibração do equipamento requer dois passos: um é realizado com a câmara de amostra vazia e outro com um objeto de volume conhecido posto na câmara de amostra, neste caso duas esferas metálicas.

ANEXO B

MODELAGEM ESTATÍSTICA

Os modelos estatísticos foram gerados no planejamento experimental, dentro do limite de confiança de 95%. O desenvolvimento dos modelos é realizado através de uma regressão linear múltipla, com base nos valores populacionais da média global das respostas e dos valores dos efeitos principais e de interação, por unidade de variação dos fatores. A geração destes modelos polinomiais de primeiro grau permite a realização de exames para determinar se o modelo está tendo uma adequada representação, fornecendo uma estimativa do erro experimental. O ajuste é feito pelo método dos mínimos quadrados.

Os modelos gerados estão apresentados em sua forma decodificada e a análise dos resultados é baseada na variância estatística através da tabela ANOVA, na qual avaliam-se os efeitos de um determinado fator em relação aos resíduos deixados pelo modelo. A validade dos modelos é baseada portanto na variação aleatória das medidas.

O desenvolvimento do modelo mais adequado para cada variável dependente foi baseado em recomendações apresentadas na literatura (Chatterjee e Price, 1977; Seber, 1977; Draper e Smith, 1981; e Chatterjee e Hadi, 1988). Entre modelos contendo diferentes números de termos, o modelo com o mais alto R^2_{ajustado} é o preferido.

O valor de R^2 indica a porcentagem de variação total da variável dependente que é explicada pelo modelo, portanto, quanto maior for o valor desta porcentagem, melhor será o ajuste do modelo aos dados experimentais. O valor de R^2 ajustado, que é uma forma modificada de R^2 , leva em conta o número de variáveis preditoras incluídas na equação de regressão. Ele aumenta quando se retiram variáveis preditoras que tenham pouco poder explicativo e sejam estatisticamente insignificantes. Por este motivo, é uma boa medida para comparação de diferentes equações de regressão, com número de preditores diferentes (Hair *et al.*, 1984).

Em relação aos dados da tabela ANOVA, utilizam-se, respectivamente, as seguintes expressões para o cálculo de R^2 , R^2_{ajustado} , do desvio padrão dos pontos em torno do modelo ajustado (σ), de F da regressão do modelo, de F dos efeitos, e de F para a falta de ajuste:

$$R^2 = 1 - \frac{SQ_{residuo}}{SQ_{total}} \quad (B.1)$$

$$R^2_{ajustado} = 1 - \frac{\left[\frac{SQ}{GL} \right]_{Residuo}}{\left[\frac{SQ}{GL} \right]_{Total}} \quad (B.2)$$

$$\sigma = \sqrt{QM_{residuo}} \quad (B.3)$$

$$F = \frac{QM_{modelo}}{QM_{residuo}} \quad (B.4)$$

$$F = \frac{QM_{efeito}}{QM_{residuo}} \quad (B.5)$$

$$F_{Falta\ de\ ajuste} = \frac{QM_{falta\ de\ ajuste}}{QM_{erro\ puro}} \quad (B.6)$$

ANEXO C

FUNÇÃO DESEJABILIDADE

A Função Desejabilidade é um dos métodos mais utilizados na indústria para a otimização de processos com múltiplas respostas. O princípio do método baseia-se na idéia de que a qualidade de um processo ou produto, com múltiplas características de qualidade, é completamente inaceitável, quando pelo menos uma destas características se encontra fora de alguns limites desejados. O método encontra as condições operacionais (\mathbf{x}), as quais fornecem as respostas mais desejadas (Harrington, 1965)

Para cada resposta $Y_i(\mathbf{x})$, a Função Desejabilidade $d_i(Y_i)$ assume números entre 0 e 1 para possíveis valores de Y_i , com $d_i(Y_i) = 0$ representando um valor completamente indesejável e $d_i(Y_i) = 1$ representando um valor completamente desejável ou ideal. As desejabilidades individuais são então combinadas utilizando-se a média geométrica, que fornece a desejabilidade global D :

$$D = \sqrt[d_1(Y_1) \times d_2(Y_2) \times \dots \times d_k(Y_k)]{\quad} \quad (C.1)$$

Em que: k denota o número de respostas. Se qualquer resposta Y_i for completamente indesejável ($d_i(Y_i) = 0$), então a desejabilidade global é igual a zero. Na prática, os valores ajustados \hat{Y}_i são usados no lugar de Y_i .

Dependendo da resposta que se deseja obter, ou seja, se deve ser maximizada, minimizada ou assumido um valor intermediário, diferentes tipos de funções desejabilidade podem ser utilizadas. O programa STATISTICA for Windows (StatSoft, Inc., 1984-2003), utiliza uma classe de funções desejabilidade proposta por Derringer e Suich (1980), que é baseada no seguinte princípio: seja I_i , S_i e M_i , os valores inferior, superior e mediano, respectivamente, os quais são desejados para a resposta Y_i , com $I_i \leq M_i \leq S_i$.

Se a resposta é do tipo mediana, então sua função desejabilidade individual é:

$$d_i(\hat{Y}_i) = \begin{cases} 0 & \text{se } \hat{Y}_i(x) < I_i \\ \left(\frac{\hat{Y}_i(x) - I_i}{M_i - I_i} \right)^s & \text{se } I_i \leq \hat{Y}_i(x) \leq M_i \\ \left(\frac{\hat{Y}_i(x) - S_i}{M_i - S_i} \right)^t & \text{se } M_i \leq \hat{Y}_i(x) \leq S_i \\ 0 & \text{se } \hat{Y}_i(x) > S_i \end{cases} \quad (\text{C.2})$$

Os expoentes s e t determinam a importância da função para encontrar o valor médio desejado. Para $s = t = 1$, a função desejabilidade aumenta linearmente com M_i ; para $s < 1$, $t < 1$, a função é convexa; e para $s > 1$, $t > 1$, a função é côncava.

Se a resposta deve ser maximizada, a desejabilidade individual é definida da seguinte forma:

$$d_i(\hat{Y}_i) = \begin{cases} 0 & \text{se } \hat{Y}_i(x) < I_i \\ \left(\frac{\hat{Y}_i(x) - I_i}{M_i - I_i} \right)^s & \text{se } I_i \leq \hat{Y}_i(x) \leq M_i \\ 1,0 & \text{se } \hat{Y}_i(x) > M_i \end{cases} \quad (\text{C.3})$$

Em que M_i , neste caso, é interpretado como um valor suficientemente grande para a resposta.

Finalmente, para minimizar a resposta, utiliza-se a seguinte definição:

$$d_i(\hat{Y}_i) = \begin{cases} 1,0 & \text{se } \hat{Y}_i(x) < M_i \\ \left(\frac{\hat{Y}_i(x) - S_i}{M_i - S_i} \right)^s & \text{se } M_i \leq \hat{Y}_i(x) \leq S_i \\ 0 & \text{se } \hat{Y}_i(x) > S_i \end{cases} \quad (\text{C.4})$$

A desejabilidade, portanto, consiste em três etapas: primeiro, conduzir os experimentos e ajustar as respostas dos modelos para todas as k respostas; segundo, definir as funções desejabilidade individuais para cada resposta; e por último, maximizar a desejabilidade global D , em relação aos fatores controlados.